IGM86-203-366
CNRC 26434

RAPPORT INTÉRIMAIRE

INFLUENCE DES HAUTES ET BASSES TEMPÉRATURES SUR LES JOINTS COLLÉS À L'AIDE D'UNE COLLE ACRYLIQUE

PAR:

Gaétan Thériault et François G. Hamel

août 1986

Institut de génie des matériaux
Conseil national de recherches Canada
75 boul. de Mortagne
Boucherville (Québec) Canada J4B 6Y4

TABLE DES MATIÈRES

TABLE DES MATIÈRES .....-i-

LISTE DES PHOTOS, FIGURES ET TABLEAUX .....-ii-

AVANT-PROPOS .....-iii-

INTRODUCTION 1

1.0 **PROCÉDURES** 2
1.1 Procédures de collage 2
1.1.1 Nettoyage de l'échantillon 2
1.1.2 Sablage 2
1.1.3 Nettoyage à sec 2
1.1.4 Nettoyage au MEK 2
1.1.5 Application de l'activateur 3
1.1.6 Positionnement des pièces de téflon 3
1.1.7 Application de la colle 4
1.1.8 Assemblage 5
1.1.9 Chauffage 5
1.1.10 Nettoyage et entreposage 6
1.2 Procédures d'essai 6
1.2.1 Vérification des excitations 6
1.2.2 Ajustements des échelles des enregistreurs 7
1.2.3 Montage de l'échantillon 9
1.3 Traçage des courbes 11

2.0 **ANALYSE DES RÉSULTATS** 13
2.1 Échantillons DCB 13
2.2 Échantillons CDCB 19
2.3 Résultats en "strain et stroke control" 22

3.0 **RÉSULTATS** 25
3.1 Résultats des échantillons DCB (température ambiante) 25
3.1.1 Système de mesure avec jauges 27
3.2 Résultats des échantillons CDCB (température ambiante) 29
3.3 Discussion et interprétation des résultats 32

4.0 **INFLUENCE DU FROID** 35
4.1 Essais à température ambiante 35
4.2 Essais au froid 36

5.0 **ESSAIS EN MILIEU CORROSIF** 40
5.1 Développement d'une éprouvette NCDCB 40

6.0 **CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS** 48

RÉFÉRENCES 50

ANNEXE A 72

LISTE DES PHOTOS

Photo no. 1: Enregistreurs et contrôleurs
Photo no. 2: Système d'ancrage
Photo no. 3: Système d'ancrage
Photo no. 4: Rupture ductile, adhésive et cohésive: P5C310786
Photo no. 5: Rupture ductile, adhésive et cohésive: P5C310786
Photo no. 6: Rupture ductile, adhésive et cohésive: P5C310786
Photo no. 7: Chambre d'environnement
Photo no. 8: Échantillons P5C310786, P6C280786, P7N280786
Photo no. 9: Transition ductile/fragile, P6C280786
Photo no.10: Transition ductile/fragile, P7N280786

LISTE DES FIGURES

Fig. no. 1: Dimensions des échantillons DCB et CDCB
Fig. no. 2: Schéma du montage d'essai
Fig. no. 3: Courbe théorique de charge vs déplacement (échelle 0 → 1500 N)
Fig. no. 4: Courbe théorique de charge vs déplacement (échelle 0 → 3000 N)
Fig. no. 5: Courbe typique "load vs strain"; échantillon DCB
Fig. no. 6: Courbe typique "voltage vs temps"; système de mesure avec jauges
Fig. no. 7: Courbe typique "load vs time"; échantillon DCB
Fig. no. 8: Courbe de G/y^2 en fonction de a
Fig. no. 9: Courbe typique "load vs strain"; échantillon CDCB
Fig. no. 10: Courbe "G_{1c} vs temps"; essais à température ambiante
Fig. no. 11: Courbe "G_{1c} vs temps"; échantillons soumis au froid
Fig. no. 12: Courbe "G_{1c} vs temps"; échantillons testés au froid
Fig. no. 13: Éprouvette NCDCB (New contoured double-cantilever beam)

LISTE DES TABLEAUX

Tableau no. 1: Charge et déplacement pour diverses valeurs de G_{1c} et a
Tableau no. 2: Exemple d'un tableau de résultats d'un échantillon DCB
Tableau no. 3: Exemple d'un tableau de résultats d'un échantillon CDCB

AVANT-PROPOS

Au cours des dernières années, de nombreux progrès technologiques ont été réalisés dans le domaine du collage. De plus en plus, les colles sont employées dans les secteurs du transport, notamment en aéronautique, et dans le secteur de la construction.

Suite à la demande d'un partenaire industriel, nous avons entrepris d'étudier la résistance au froid ainsi que la température de mûrissement de joints collés avec une colle acrylique.

Pour les joints collés, on connaît cinq types principaux d'essais pouvant être effectués en laboratoire, soit: la traction, le pelage, le cisaillement, le clivage et finalement, les essais de chocs.

Au cours de cette étude, seuls les essais de clivage furent réalisés, car les colles sont peu résistantes à ce type de sollicitation.

Pour ces essais, nous suivons la norme ASTM D3433 décrivant les essais de clivage de colles avec des échantillons de type DCB (double cantilever beam) et CDCB (contoured double cantilever beam). Les échantillons utilisés furent machinés en aluminium 6351-T6 selon les dessins de la figure 1. L'adhésif utilisé est une colle acrylique renforcée (Permabond QUICKBOND 612) appliquée avec un activateur 600 ou 610 de la même compagnie.

Au stade actuel d'avancement du projet, les résultats sont encore incomplets et fragmentaires. Bien que certaines tentatives d'explications soient proposées pour fins de discussions internes, ces explications ne peuvent être considérées comme des conclusions définitives. Pour ces raisons, ce rapport n'est pas destiné à une large diffusion. Cependant, il ne contient pas de données confidentielles et peut être distribué à toute personne ou organisation intéressée par le projet.

INTRODUCTION

Les deux objectifs principaux de cette étude sont de vérifier l'influence du chauffage au collage et l'influence du froid. Ceci permettra de simuler les conditions de service présentement rencontrées au niveau industriel. La température de chauffage fut établie à 100°C et est vérifiée à l'aide d'un thermocouple placé au centre de l'échantillon.

Au premier chapitre, nous traiterons alors des procédures de collage et d'essais. Celles-ci sont très importantes afin d'effectuer les essais dans des conditions similaires.

Le chapitre 2 décrit la méthode utilisée pour effectuer l'analyse des résultats des échantillons DCB et CDCB. Celui-ci contient les équations ainsi que les programmes employés pour l'analyse des deux types d'échantillons. Ce chapitre traite également des deux signaux pouvant être utilisés pour faire les essais à déplacement contrôlé.

Par la suite, le chapitre 3 expose les différents résultats obtenus à la température ambiante pour les échantillons DCB et CDCB. La dernière partie de ce chapitre est consacrée à l'interprétation des résultats et tente de bien montrer les différences entre les valeurs de résistance obtenues pour les échantillons chauffés et non-chauffés.

Au chapitre 4, on retrouve les résultats obtenus pour les essais ayant séjourné au froid et ceux testés au froid. L'interprétation des résultats tente d'apporter des explications sur les divers résultats obtenus.

Pour sa part, le dernier chapitre décrit un nouveau type d'éprouvette qui sera fabriquée et employée pour les essais en milieu corrosif. Ce type d'éprouvette a la propriété d'avoir une valeur de G_{1c} constante pour un déplacement donné. A la toute fin de ce rapport, on retrouve les figures et les photos nécessaires à la bonne compréhension de ce texte.

1.0 PROCÉDURES

Chacun des essais devant être réalisés passe par une série d'étapes prédéterminées qui doivent être répétées dans les mêmes conditions d'un essai à l'autre. Afin d'obtenir des résultats comparables, des procédures standardisées de collage et d'essai sont nécessaires.

1.1 Procédure de collage

1.1.1 Nettoyage de l'échantillon

Ce nettoyage s'effectue sur toutes les surfaces de l'échantillon à l'aide d'un coton à fromage et de méthyl-ethyl-kétone (MEK). Il est important de bien nettoyer l'échantillon afin d'enlever les graisses, les résidus de colle et autres produits chimiques ayant séché sur celui-ci.

1.1.2 Sablage

Le sablage s'effectue à l'aide d'un papier auto-adhésif de grosseur 320 placé sur des blocs d'aluminium.

Au début, un sablage grossier peut être nécessaire afin d'enlever la colle ayant demeuré sur la surface à coller. Ensuite, le sablage doit s'effectuer en un mouvement rectiligne afin que les rayures laissées soient toutes parallèles à l'échantillon.

1.1.3 Nettoyage à sec

Un léger nettoyage à sec doit être fait à l'aide d'un coton à fromage afin d'enlever l'alumine et l'abrasif laissés par le sablage.

1.1.4 Nettoyage au MEK

Ce nettoyage doit être fait minutieusement car un résidu de graisse ou d'alumine peut empêcher la colle d'adhérer à la surface à certains endroits.

1.1.5 Application de l'activateur

L'activateur s'applique sur une seule partie de l'échantillon. Dans notre cas, cette surface sera la surface A; celle-ci n'ayant aucun filet à l'intérieur des trous de positionnement.

Il suffit de verser de l'activateur à quelques endroits de la surface et d'étendre en une couche mince, à l'aide d'un pinceau. Lorsque l'activateur est uniforme sur toute la surface, il ne faut pas frotter inutilement.

S'il y a apparition de petites bulles d'air, il suffit de laisser reposer l'activateur pour que celles-ci disparaissent.

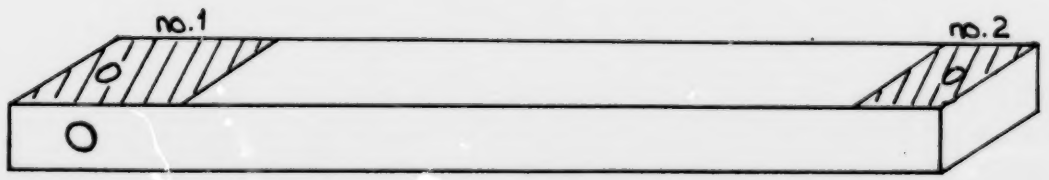
1.1.6 Positionnement des pièces de téflon

Les pièces de téflon servent à déterminer la longueur de fissure initiale (a_o ≈25 mm), à déterminer l'épaisseur du joint de colle (≈0.25 mm) et à empêcher la colle de s'infiltrer dans les trous de positionnement.

Les dimensions de ces pièces de téflon sont les suivantes:

1. 25.4 mm x 50.4 mm	épaisseur: 0.25 mm
2. 25.4 mm x 20.0 mm	épaisseur: 0.25 mm

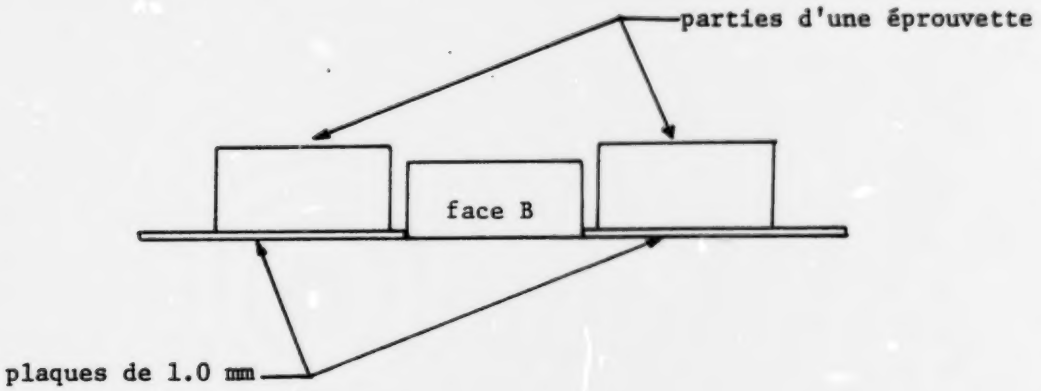
Celles-ci s'appliquent sur la surface B tel que le montre la figure suivante:



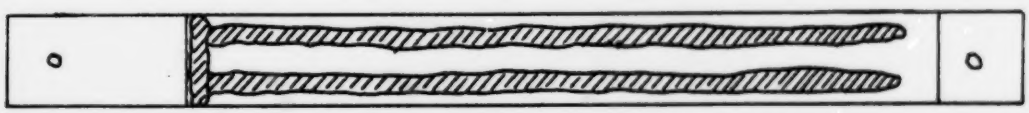
1.1.7 Application de la colle

L'activateur peut rester sur la surface entre 2 minutes et 24 heures avant l'application de la colle. Nous avons choisi de fixer ce délai à 10 minutes pour tous les essais.

Pour appliquer la colle uniformément, il suffit de placer l'échantillon entre deux autres échantillons posés sur des cales de 1.0 mm d'épaisseur.



L'application de la colle s'effectue en deux lignes parallèles ou en une seule ligne en zig-zag tel que le montrent les figures suivantes:



Par la suite, il est important d'étendre la colle en une couche très uniforme sur toute la surface. Cette étape peut se faire à l'aide d'une spatule ou d'une plaque de s'appuyant sur les deux échantillons posés sur les cales de 1.0 mm. Le mouvement se doit d'être régulier sans arrêt et sans retour en arrière si possible.

1.1.8 Assemblage

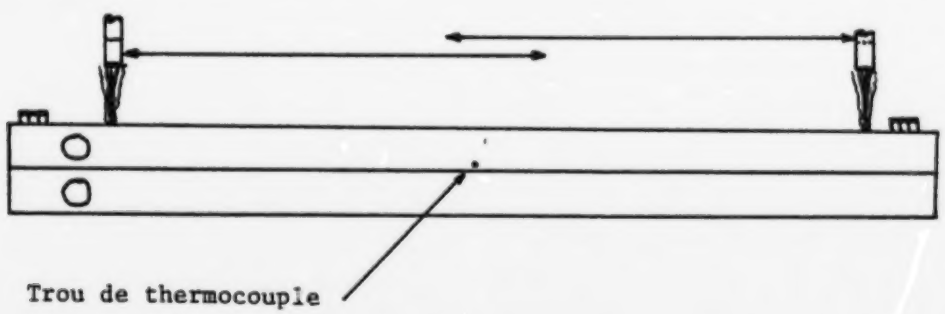
Pour l'assemblage, il suffit de prendre la face A et de la ramener sur la face B pour ensuite insérer les vis. La pression de serrage doit être suffisante pour que la colle se répartisse uniformément et que l'excès puisse fuir par les côtés.

Lorsque l'échantillon a besoin d'être chauffé, seul l'excès de colle près de l'entrée du thermocouple doit être enlevé. Pour les échantillons non-chauffés, l'excès de colle peut s'enlever aisément à l'aide d'essuie-tout.

1.1.9 Chauffage

Sur chaque échantillon, il existe un trou conçu spécialement pour le thermocouple. Celui-ci a environ 1.0 mm de diamètre et 10 mm de profondeur de sorte que la température enregistrée soit celle au centre de l'échantillon (à la limite du joint de colle).

Le chauffage doit normalement être effectué avec deux chalumeaux au propane. Ceux-ci sont déplacés en opposition sur la surface A de l'éprouvette tel que l'indique le schéma qui suit:



La partie la plus chaude d'une flamme est la pointe. Il faut alors que celle-ci arrive à la surface de l'échantillon si l'on désire chauffer rapidement.

Pour éviter de chauffer plus qu'à 100°C, le chauffage doit être interrompu lorsque l'enregistreur de thermocouple indique 99°C.

L'excès de colle qui est demeuré sur les côtés de l'échantillon peut s'enlever aisément à l'aide d'un exacto très coupant lorsque l'éprouvette est revenue à la température ambiante (N.B.: il est préférable d'allumer les chalumeaux quelques minutes avant le chauffage afin d'éviter que ceux-ci s'éteignent lors de leur utilisation).

1.1.10 Nettoyage et entreposage

Il est important de bien refermer le tube de colle et le contenant d'activateur après leur utilisation car ceux-ci risqueraient de s'évaporer et perdre leurs propriétés.

Le bec du tube de colle se nettoie aisément à l'aide de Q-Tips et d'essuie-tout.

Après nettoyage, il suffit de les entreposer dans un endroit frais et sec, de préférence au réfrigérateur.

1.2 Procédure d'essai

La procédure d'essai établie a pour but de se conformer à la norme ASTM D3433 [1] et comporte les étapes à suivre à partir de l'ajustement des échelles des enregistreurs jusqu'à la rupture de l'échantillon. Celles-ci dovent être suivies de façon stricte et dans l'ordre prescrit afin d'éviter toute mauvaise manoeuvre pouvant causer la rupture instantanée de l'échantillon ou des bris au système de chargement. La photo 1 nous montre une vue d'ensemble des divers enregistreurs et contrôleurs.

1.2.1 Vérification des excitations

On peut obtenir, à partir des différents contrôleurs, trois signaux distincts, soit: la charge, le déplacement de l'actuateur (stroke), et le déplacement d'un extensomètre (strain).

On doit vérifier que les valeurs d'excitation des canaux de "load" et

"strain" sont conformes aux valeurs déterminées lors de la dernière calibration pour chaque échelle choisie.

De la même façon, le "cal factor" du conditionneur de "stroke" doit avoir la valeur déterminée lors de la dernière calibration. Il est suggéré d'indiquer ces valeurs sur le dessus des conditionneurs.

Une mauvaise excitation ou un mauvais facteur de calibration entraîne une erreur sur les signaux de sortie et nous amène alors à des résultats faussés.

1.2.2 Ajustements des échelles des enregistreurs

Enregistreur X-Y HP-7044A

La force (LOAD) selon l'axe des Y et le déplacement (STRAIN) selon l'axe des X, s'ajustent en ajustant leur zéro respectif ainsi que le potentiomètre de calibration afin d'obtenir le voltage correspondant aux échelles choisies.

Le range maximum pour la charge est de 0 V à 10 V, ce qui correspond à une charge maximum de 3 kN. L'échelle choisie dépend alors de la valeur de G_{1c} de l'échantillon collé.

Pour le dépacement, l'échelle 10 V = 12.5 mm sera employée puisque l'extensomètre (632.12C-20) peut atteindre une ouverture maximum de 12.5 mm.

L'enregistrement se faisant sur une feuille de 10 x 15 pouces, on choisit les échelles de façon à utiliser 10 pouces en Y et 12.5 pouces en X.

Enregistreur XX-Y HP-7090

Cet enregistreur permet l'enregistrement direct ou peut conserver en mémoire tous les résultats de l'essai.

Il suffit d'ajuster le voltage désiré du "range" et de l'"offset" de chacun des trois canaux. Comme l'enregistreur permet de tracer des courbes

du canal 1 et 2 en fonction du canal 3 ou du temps, nous utiliserons les deux premiers canaux pour le "stroke" et le "strain" tandis que le troisième servira à l'enregistrement du "load".

Canal 1 (stroke):	Range 1.25 V (12.5 mm)
	Offset 0.00 V
Canal 2 (strain):	Range 10.00 V (12.5 mm)
	Offset 0.00 V
Canal 3 (load):	Range 10.00 V (3.0 kN)
	Offset 0.00 V

Le nombre de divisions du "grid" (quadrillage) dépend des échelles choisies, du graphique désiré et de la précision par division. Par exemple, pour une courbe "load vs strain", dans les conditions mentionnées ci-haut, on pourrait choisir 30 divisions pour la charge et 25 divisions pour le déplacement.

Le temps total correspond au temps estimé pour effectuer l'essai. Celui-ci est d'environ 30 minutes pour tout genre d'essai effectué jusqu'à maintenant. La fréquence d'enregistrement sera alors:

$$\text{fréquence (point/sec)} = \frac{1000 \text{ points}}{\text{temps total (min)} \times 60 \text{ (s/min)}}$$

Les options "trigger" ne sont pas employées et demeurent donc toutes à zéro et sur la position MANUEL.

L'ajustement du zéro se fait dans le coin inférieur droit et celui de "full scale" dans le coin supérieur gauche. Cependant, lorsque le traçage de courbes nécessite une rotation des axes (pour le graphique "load vs strain"), il suffit d'effectuer la rotation en appuyant sur "fast" et "shift" simultanément et ensuite ajuster le zéro et "full scale".

On peut garder en mémoire les ajustements sélectionnés en appuyant sur la touche "shift" et ensuite sur "save set up".

Oscilloscope

L'oscilloscope, bien qu'il ne permette pas d'obtenir une courbe permanente à la fin de l'essai, nous est d'une grande utilité au cours du test. Celui-ci permet de voir la progression de la charge et du déplacement lors de l'essai.

Les échelles de celui-ci sont alors choisies de façon à minimiser la distorsion causée par des signaux parasites et de façon à utiliser au maximum la superficie de l'écran.

Placé en mode X-Y, il nous permet d'obtenir un aperçu de la courbe "load vs strain".

1.2.3 Montage de l'échantillon

Avant de placer l'échantillon dans les mors, on doit s'assurer d'être en "load control", que le "set point" soit à 5.00, le "span" à 10.00 et que le "load" indique 0.000 volts.

Pour mettre l'hydraulique en marche, il est important de vérifier que l'erreur est nulle et que les "interlock" sont enlevés. On doit premièrement passer en "low pressure" et ensuite en "high pressure".

Pour mettre l'échantillon en place, on doit auparavant le placer dans ses mors, et ensuite l'installer sur la cellule de charge (voir figure 2 et photos 2 et 3). Une légère traction sur la cellule de charge suffit à ramener le piston pour ensuite insérer la dernière goupille.

Par la suite, il est très important de placer l'extensomètre dans ses trous d'ancrage et d'enlever la petite épingle de sûreté.

On doit ensuite ramener la charge à 0.000 V à l'aide du "set point" avant de faire le zéro du "strain" et du "stroke".

Lorsque vient le temps de passer en "strain control", on doit d'abord revenir en "low pressure" et ensuite désactiver l'hydraulique. Par la suite, on replace le "set point" à 5.00 et on passe en "strain control". On remet l'hydraulique en marche en passant de "low" à "high pressure" en vérifiant la charge appliquée sur l'échantillon afin de la réajuster à l'aide du "set point" s'il y a lieu.

La vitesse de déplacement du piston ($\dot{\delta}$) doit être choisie de façon à ce que la rupture survienne approximativement à l'intérieur d'une minute. En annexe A, on retrouve les courbes de $\dot{\delta}$ en fonction de la longueur de fissure et de différentes valeurs de G_{1c}, et ce pour les éprouvettes de type DCB et CDCB. Ces courbes permettent de choisir la valeur de $\dot{\delta}$(mm/s) afin que la rupture survienne en une minute.

Cette vitesse en mm/s doit être convertie en taux de rampe (%). Comme 10 V = 12.5 mm correspond à 100%, on aura la relation suivante:

$$\text{taux (\%)} = \frac{\dot{\delta}(\text{mm/s}) \times 100\%}{12.5 \text{ mm/s}}$$

Lorsque les ajustements ont été effectués, il suffit d'actionner l'interrupteur (PEN RECORD) de l'enregistreur X-Y, d'appuyer sur la touche (FILL BUFFER) de l'enregistreur XX-Y et d'appuyer sur la touche (UP) du "REMOTE TEST CONTROL".

Lors de l'essai, on peut voir la charge monter progressivement à mesure que le "strain" se déplace. Lorsque celle-ci tend à redescendre, c'est-à-dire à la rupture de la colle, il suffit d'appuyer sur "HOLD" et d'attendre que la relaxation soit complétée avant de recharger de nouveau. Une décharge complète doit être effectuée de temps à autre afin de mieux définir les pentes lors de l'analyse des résultats. Il est important de recharger immédiatement lorsque la charge se dirige vers zéro volt et ce dans le but d'éviter d'aller en compression.

Lorsqu'il n'est pas possible de rupturer l'échantillon en "strain

control", on peut terminer l'essai en "stroke control". A ce moment, il suffit d'effectuer une décharge complète et de remplacer le signal du "strain" par celui du "stroke" sur l'enregistreur X-Y. L'échelle utilisée sera alors de 0.1 V/in en position calibrée.

Avant de passer en "stroke control", on doit désactiver l'hydraulique et réajuster le taux de rampe selon la relation suivante:

$$\text{taux}(\%) = \frac{\mathring{A}\ (\text{mm/s}) \times 100\%}{100\ \text{m/s}}$$

puisque l'échelle employée est de 10 V = 100 mm.

Par la suite, il est très important de retirer l'extensomètre et de l'éloigner de l'échantillon pour ainsi éviter de l'endommager.

Lorsque l'essai est prêt à repartir, il ne reste qu'à suivre les mêmes procédures que lors du début de l'essai.

1.3 Traçage des courbes

À partir des résultats enregistrés en mémoire de l'enregistreur XX-Y, on peut tracer les courbes suivantes:

1- Load vs stroke
2- Load vs strain
3- Load vs time
4- Stroke vs time
5- Strain vs time

Cependant, seule la courbe "load vs time" est utilisée. L'essai se faisant en "strain control", le signal de "stroke" n'est pas d'une grande utilité et peut alors être remplacé par un autre signal tel que le voltage pouvant passer à travers un système de jauges placées sur l'échantillon. La courbe "load vs strain" est obtenue de l'enregistreur X-Y et la courbe "strain

vs time" peut être abandonnée si l'opérateur prend soin de noter la vitesse à chaque chargement. Pour sa part, la courbe "load vs time" nous permettra de trouver la valeur de G_{1a} qui permet d'arrêter la progression de la fissure.

Les points importants à suivre pour tracer les courbes sont donc les suivants:

- choisir les canaux correspondant à la courbe voulue
- vérifier la direction du système d'axes
- vérifier le nombre de divisions en X et Y
- choisir une plume pour le "grid"
- faire tracer le "grid"
- faire tracer la courbe en appuyant sur "PLOT BUFFER"
- imprimer les ajustements de l'enregistreur en appuyant sur les touches "SHIFT" et "LABEL"
- imprimer le temps du début de l'essai (TRIG TIME) et le temps + la date de l'essai (PRINT TIME).

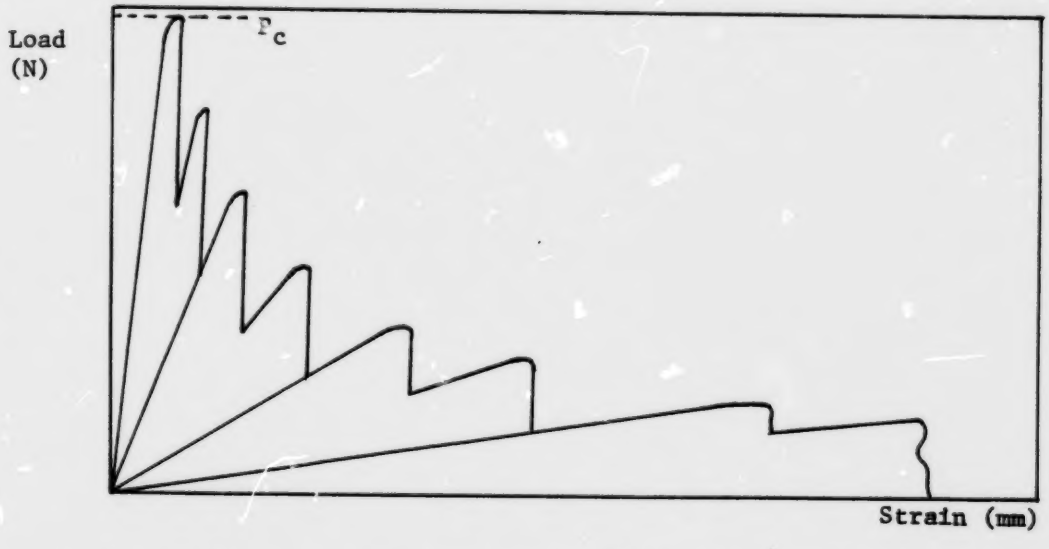
Les ajustements de l'enregistreur ainsi que le temps du début de l'essai et la date sont très importants car cela permet de classer les essais par temps de séchage et par date.

2.0 ANALYSE DES RÉSULTATS

À la fin d'une journée d'essais, l'analyse de chacun des résultats obtenus doit être effectuée. Cette analyse est développée à partir de la théorie des poutres et est quelque peu différente pour les échantillons DCB et CDCB.

2.1 Echantillon DCB

Le type de courbe obtenu pour ces échantillons est schématisé à la figure suivante.



À partir de ce graphique, on peut obtenir directement la valeur de la pente à la montée et la valeur de la charge critique (P_c) pour chaque étape de l'essai.

Connaissant la pente (P/y), on obtient aisément la compliance et la compliance normalisée:

Compliance: $C = y/P$

compliance normalisée: $EBy/P = (EB) \times C$

À partir de ces deux derniers résultats, il nous est possible d'élaborer le calcul permettant de trouver la longueur de fissure à l'intérieur du joint

de colle. Par définition, selon Ripling, Mostovoy et Patrick [2], la formule pour la compliance de l'échantillon est:

$$C = \frac{8}{EB}\left[\frac{(a + 0.6\ h)^3}{h^3} + \frac{a}{h}\right] = y/P \qquad \text{éq. 1}$$

D'autres formules proposées par d'autres auteurs se trouvent à la page 84 du cahier de laboratoire 190. On peut réarranger l'équation 1 sous forme cubique:

$$a^3 + 1.8ha^2 + 2.08h^2a + \left(0.216 - \frac{EBy}{8P}\right) h^3 = 0 \qquad \text{éq. 2}$$

On trouve dans les tables de mathématiques [3] la méthode permettant de résoudre cette dernière équation et trouver ainsi la longueur de fissure correspondant à la pente (P/y).

Méthode

On effectue premièrement le changement de variable suivant:

$$a \equiv y \text{ (longueur de fissure)}$$

et on pose les égalités suivantes:

$$p = 1.8h$$
$$q = 2.08h^2$$
$$r = \left(0.216 - \frac{EBy}{8P}\right)h^3$$

L'équation 2 peut alors s'écrire sous la forme:

$$y^3 + py^2 + qy + r = 0 \qquad \text{éq. 3}$$

En substituant pour "y" la valeur:

$$y = x - p/3$$

$$a = \frac{1}{3}(3q - p^2)$$

$$b = \frac{1}{27}(2p^3 - 9pq + 27r)$$

L'équation 3 se réduit sous la forme:

$$x^3 + ax + b = 0 \qquad \text{éq. 4}$$

Pour nos valeurs spécifiques de p, q et r, on obtient:

$$y = x - 0.6h$$
$$a = h^2$$
$$b = -(0.6 + \frac{EBy}{8P})h^3$$

Puisque p, q et r sont réels,

$$\frac{b^2}{4} + \frac{a^3}{27} = (\frac{-(0.6 + EBy/8P)h^3}{4})^2 + \frac{h^6}{27} > 0$$

signifie que l'on aura une racine réelle et deux racines complexes conjuguées pouvant satisfaire l'équation 4.

Cependant, seule la racine réelle a de l'intérêt. Celle-ci sera alors égale à:

$$x = A + B$$

où:

$$A = (\frac{-b}{2} + \sqrt{\frac{b^2}{4} + \frac{a^3}{27}})^{1/3}$$

et:

$$B = -\left(\frac{b}{2} + \sqrt{\frac{b^2}{4} + \frac{a^3}{27}}\right)^{1/3}$$

ce qui donne:

$$A = \left(\frac{(0.6 + EBy/8P)h^3}{2} + \sqrt{\frac{[-(0.6 + EBy/8P)h^3]^2}{4} + \frac{h^6}{27}}\right)^{1/3}$$

et:

$$B = -\left(\frac{-(0.6 + EBy/8P)h^3}{2} + \sqrt{\frac{[-(0.6 + EBy/8P)h^3]^2}{4} + \frac{h^6}{27}}\right)^{1/3}$$

Comme: $y = x - 0.6h$

et que: $x = A + B$

on aura: $y = A + B - 0.6h$

La longueur de fissure devient alors:

$$a = A + B - 0.6h \qquad \text{éq. 5}$$

Finalement, la valeur de l'énergie unitaire à la déformation se calcule à l'aide de l'expression qui suit [2]:

$$G_{1_c} = \frac{4P_c^2}{EB^2}\left[\frac{3(a + 0.6h)^2}{h^3} + \frac{1}{h}\right]^2 \qquad \text{éq. 6}$$

Comme cette série d'opérations est très laborieuse et doit être effectuée pour chaque pente de chacun des essais, un petit programme fonctionnant sur calculatrice HP permet de faire tout les calculs de façon très rapide et efficace. L'énoncé de celui-ci apparaît en page suivante ainsi qu'à la page 150 du cahier de laboratoire 274.

Pour chaque calcul, les valeurs de la pente (P/y), de la largeur de

Enoncé du programme de calcul de G_c pour les échantillons CDCB

001 - f LBL A
002 - RCL 1
003 - (1/x)
004 - f sci 2
005 - STO 0
006 - (R/S)
007 - RCL 2
008 - (X)
009 - 7
010 - 0
011 - 5
012 - 0
013 - 0
014 - (X)
015 - STO 5
016 - f pse
017 - RCL 5
018 - 8
019 - (+)
020 - .
021 - 6
022 - (+)
023 - RCL 3
024 - 3
025 - (y^x)
026 - (X)
027 - STO 6
028 - (g) (x^2)
029 - 4
030 - (+)
031 - RCL 3
032 - 6
033 - (y^x)
034 - 2
035 - 7
036 - (+)
037 - (+)
038 - ($\sqrt{x}$)
039 - STO 7
040 - RCL 6
041 - 2
042 - (+)
043 - (+)
044 - 3
045 - (1/x)
046 - (y^x)
047 - RCL 7
048 - RCL 6
049 - (CHS)
050 - 2
051 - (+)
052 - (+)
053 - 3
054 - (1/x)
055 - (y^x)
056 - (-)
057 - RCL 3
058 - .
059 - 6
060 - (X)
061 - (-)
062 - STO 8
063 - f fix 1
064 - f pse
065 - RCL 3
066 - .
067 - 6
068 - (X)
069 - RLC 8
070 - (+)
071 - (g) (x^2)
072 - 3
073 - (X)
074 - RCL 3
075 - 3
076 - (y^x)
077 - (+)
078 - RCL 3
079 - (1/x)
080 - (+)
081 - 4
082 - (X)
083 - RCL 4
084 - (g) (x^2)
085 - (X)
086 - 7
087 - 0
088 - 5
089 - 0
090 - 0
091 - (+)
092 - RCL 2
093 - (g) (x^2)
094 - (+)
095 - STO 9
096 - f fix 4
097 - (g)(RTN)

STO 1 → P/y
STO 2 → B
STO 3 → h
STO 4 → P_c
RCL 0 → C
RCL 5 → EBy/P
RCL 8 → a (mm)
RCL 9 → G_{1c}(N/mm)

l'éprouvette (B), de l'épaisseur de l'éprouvette (h) et de la charge critique (P_c) doivent être entrées en mémoires 1, 2, 3 et 4 respectivement.

Lors de son fonctionnement, le programme fait apparaître premièrement la valeur de la compliance. Pour continuer les calculs, il suffit d'appuyer sur "restart" (R/S) sans changer la valeur à l'écran. Ensuite apparaîtront dans l'ordre les valeurs de la compliance normalisée, de la longueur de fissure et finalement celle de G_{1c}.

Si l'un des résultats n'a pu être noté lors de son apparition, il suffit de rappeler les valeurs en mémoires 0, 5, 8 ou 9.

Afin d'obtenir une idée très rapide des valeurs de la longueur de fissure et de G_{1c} en cours d'essai, des courbes de la charge en fonction du déplacement furent tracées pour différentes valeurs de a et de G_{1c}. Celles-ci placées sur acétates peuvent être superposées à la courbe "load vs strain" pour obtenir une interprétation rapide et approximative des résultats.

En fixant une valeur de G_{1c} et de longueur de fissure, on peut obtenir la charge critique à la rupture de la façon suivante:

On sait que d'après l'équation 6:

$$G_{1_c} = \frac{4P_c^2}{EB^2}\left[\frac{3(a + 0.6h)^2}{h^3} + \frac{1}{h}\right]$$

donc:

$$P_c = \sqrt{\frac{G_{1c}EB^2h^3}{4\left[3(a + 0.6h)^2 + h^2\right]}} \qquad \text{éq. 7}$$

De l'équation de la compliance (équation 1):

$$C = \frac{8}{EB}\left[\frac{(a + 0.6h)^3}{h^3} + \frac{a}{h}\right] = y/p$$

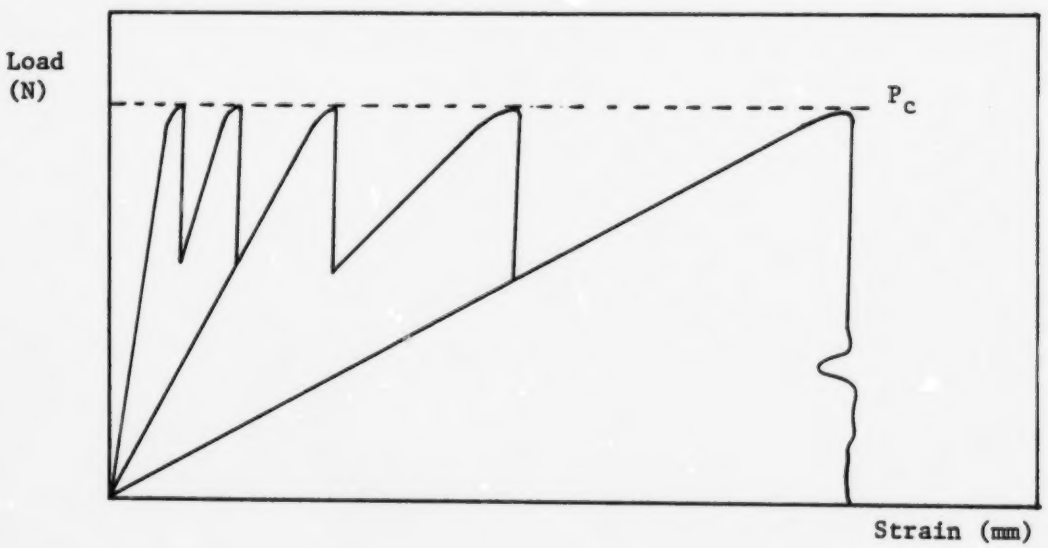
On en tire la valeur du déplacement:

$$y = \frac{8P_c}{EB}\left[\frac{(a + 0.6h)^3}{h^3} + \frac{a}{h}\right] \qquad \text{éq. 8}$$

Les courbes obtenues furent établies pour une échelle de 0 à 1500 N et une échelle de 0 à 3000 N. Le tableau 1 indique les valeurs obtenues pour chaque itération et les figures 3 et 4 représentent les courbes pour chacune des échelles employées.

2.2 Echantillon CDCB

Les échantillons CDCB ayant la propriété de se rupturer à une charge constante peut importe la longueur de fissure, on devrait alors observer le type de graphique suivant:



La compliance et la compliance normalisée s'obtiennent de la même façon que pour les échantillons DCB. Cependant, le calcul de la longueur de fissure est très différent et beaucoup moins complexe. Sachant que:

$$C = \int_o^a \left(\frac{dC}{da}\right) da \qquad \text{éq. 9}$$

et que $\frac{dC}{da}$ est défini comme suit, selon l'équation 1, si on néglige le facteur

de correction égal à .6h:

$$\frac{dC}{da} = \frac{8}{EB}\left(\frac{3a^2}{h^3} + \frac{1}{h}\right) \qquad \text{éq. 10}$$

on aura:

$$C = \frac{8}{EB}\int_o^a \left(\frac{3a^2}{h^3} + \frac{1}{h}\right) da \qquad \text{éq. 11}$$

Comme les éprouvettes du type CDCB ont une partie constante jusqu'à "a_o" et une partie dont l'épaisseur "h" varie avec la longueur de fissure "a", la compliance devient:

$$C = \frac{8}{EB}\left[\int_o^{a_o}\left(\frac{3a^2}{h^3} + \frac{1}{h}\right) da + \int_{a_o}^{a} \frac{3a^2}{h^3} + \frac{1}{h}\right) da\,] \qquad \text{éq. 12}$$

Tel que proposé par Mostovoy et al [4], la forme de l'éprouvette CDCB est choisie telle que:

$$\left(\frac{3a^2}{h^3} + \frac{1}{h}\right) = m' = \text{cste} \qquad \text{éq. 13}$$

donc:

$$C = \frac{8}{EB}\left[\left(\frac{a_o^3}{h_o^3} + \frac{a_o}{h_o}\right) + m'\,(a - a_o)\right] = y/P \qquad \text{éq. 14}$$

A partir de cette dernière équation, il est maintenant possible de trouver la longueur de fissure en la transformant sous la forme (cahier de laboratoire 274, p. 162):

$$a = a_o + \frac{\left[\frac{EBy}{8P} - \left(\frac{a_o^3 + a_o h_o^2}{h_o^3}\right)\right]}{m'} \qquad \text{éq. 15}$$

Enoncé du programme de calcul de G_c pour les échantillons CDCB

```
099 - f LBL B
100 - RCL 1
101 - (1/x)
102 - f sci 2
103 - STO 6
104 - (R/S)
105 - 7
106 - 0
107 - 5
108 - 0
109 - 0
110 - (X)
111 - RCL 2
112 - (X)
113 - STO 7
114 - f pse
115 - 8
116 - (÷)
117 - RCL 5
118 - RCL 3
119 - (÷)
120 - 3
121 - (y^x)
122 - RCL 5
123 - RCL 3
124 - (÷)
125 - (+)
126 - -
127 - 9
128 - 0
129 - (÷)
130 - 2
131 - 5
132 - •
133 - 4
134 - (X)
135 - RCL 5
136 - +
137 - f fix 1
138 - STO 8
139 - f pse
140 - RCL 4
141 - (g) (x^2)
142 - 4
143 - (X)
144 - 9
145 - 0
146 - (X)
147 - 2
148 - 5
149 - •
150 - 4
151 - (÷)
152 - 7
153 - 0
154 - 5
155 - 0
156 - 0
157 - ÷
158 - RCL 2
159 - (g) (x^2)
160 - (÷)
161 - f fix 4
162 - STO 9
163 - (g) (RTN)
```

STO 1 → Pente
STO 2 → B
STO 3 → h_o
STO 4 → P_c
STO 5 → a_o
RCL 6 → C
RCL 7 → EBy/P
RCL 8 → a
RCL 9 → G_{1c}

où: $a_o = 48.641$ mm

et: $m' = 3.5433\ mm^{-1}$

Le calcul de l'énergie unitaire à la déformation est pour sa part très simple [4]:

$$G_{1_c} = \frac{4P_c^2}{EB^2} m' \qquad \text{éq. 16}$$

À la page suivante et à la page 163 du cahier de laboratoire 274, on peut voir l'énoncé du programme ayant servi à effectuer les calculs des échantillons CDCB. Celui-ci fonctionne exactement de la même façon que le précédent et se programme sur calculatrice HP.

2.3 Résultats en "strain et stroke control"

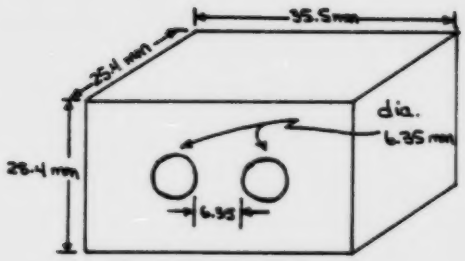
Lorsqu'un essai est effectué en "strain control" et que la courbe enregistrée est "load vs strain", les résultats sont beaucoup plus simples à analyser puisque l'extensomètre mesure la distance vraie qui sépare les deux parties de l'éprouvette.

Cependant, lorsque l'on obtient une courbe "load vs stroke", on doit tenir compte de la compliance de la machine puisque la mesure du stroke est affectée par le déplacement des appuis sur la table de chargement.

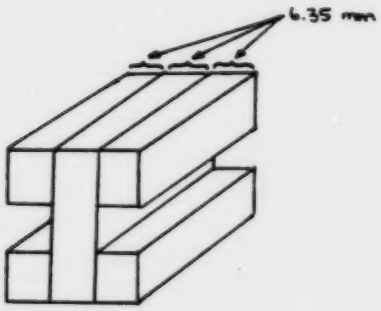
Afin de mesurer cette compliance, nous avons fait l'utilisation d'un bloc d'acier donc le module d'élasticité est de 205000 MPa. La compliance obtenue est alors celle de l'ensemble de la machine et du bloc. Après quelques essais jusqu'à 2.0 kN, la compliance mesurée fut établie à 1.09×10^{-4} mm/N.

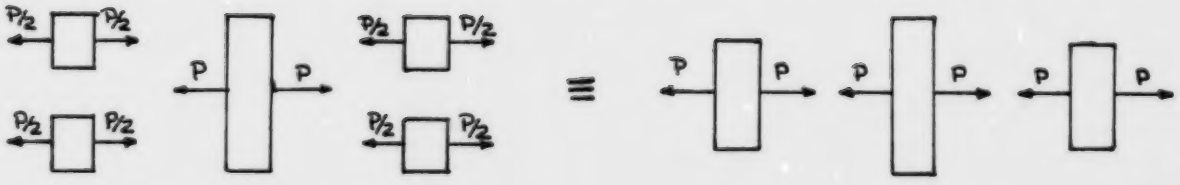
Il est cependant important de quantifier la compliance du bloc afin de déterminer celle de l'ensemble de la machine.

La figure suivante montre les dimensions du bloc utilisé.



On peut cependant faciliter les calculs en approximant le bloc comme suit (cahier de laboratoire 274, p. 152-154):





On sait que: $E = \sigma/\varepsilon$

et que: $\sigma = P/A$

donc: $\varepsilon = P/AE$

L'allongement d'une pièce mécanique est défini comme suit:

$$y = \varepsilon \times L$$

et la compliance:

$$C = y/P$$

donc:

$$C = L/AE$$

Pour le cube, on obtient alors la compliance de la façon suivante:

$$C = \frac{6.35 \text{ mm}}{(25.4 \times 19.05) \text{ mm}^2 \times 205000 \text{ MPa}} + \frac{6.35 \text{ mm}}{(25.4) \text{ mm}^2 \times 205000 \text{ MPa}} + \frac{6.35 \text{ mm}}{(25.4 \times 19.05) \text{ mm}^2 \times 205000 \text{ MPa}}$$

$C = 1.705 \times 10^{-7}$ mm/N

Ceci est négligeable par rapport à 1.09×10^{-4} mm/N et nous pouvons donc conclure que la compliance de l'ensemble de la machine est de 1.09×10^{-4} mm/N.

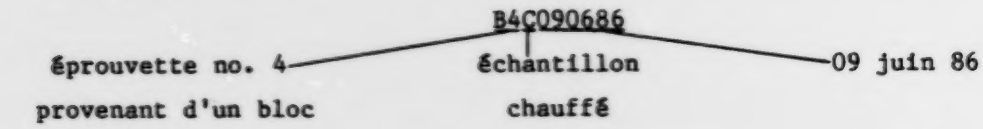
Lors de l'analyse d'une courbe "load vs stroke", on doit donc soustraire la compliance de la machine afin d'obtenir la valeur de compliance de l'échantillon. La correction $C = y/P - 1.09 \times 10^{-4}$ mm/N sera insérée à la ligne 003 du programme pour les échantillons du type DCB et à la ligne 101 pour ceux du type CDCB (cahier de laboratoire 274, p. 154).

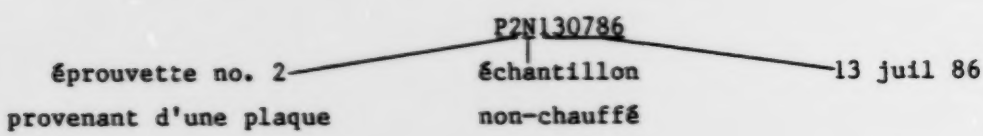
3.0 RÉSULTATS

Au cours de cette étude, plusieurs essais furent effectués dans le but de déterminer l'influence du chauffage au collage et l'influence d'une exposition au froid. Ce présent chapitre traite uniquement des essais à température ambiante sur les échantillons du type DCB et CDCB.

Comme seulement huit échantillons DCB et six CDCB étaient à notre disposition, nous avions à enlever la colle à l'aide de cyclohexanone après chaque essai. Les échantillons ne pouvant être conservés et numérotés, nous leur avons attribué un numéro qui comprend l'identification de l'éprouvette, la date de l'essai et indique également s'il s'agit d'un échantillon chauffé ou non-chauffé.

Exemples:





3.1 Résultats des échantillons DCB (température ambiante)

Lors des débuts de l'étude, les essais préliminaires furent réalisés en "stroke control" afin d'établir la procédure d'essai. Comme l'analyse des résultats nécessitait une correction plus ou moins exacte, il fut décidé que les essais se feraient alors en "strain control" et que seules les courbes "load vs strain" seraient analysées.

La figure 5 et le tableau 2 (voir aussi cahier de laboratoire 274, p. 146) montrent un exemple typique d'un essai effectué à la température ambiante. Le tableau de la page suivante donne le résumé de l'ensemble des résultats effectués à la température ambiante.

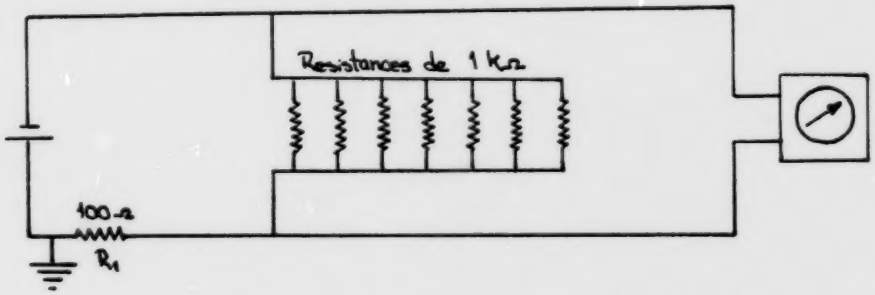
RÉSUMÉ DE L'ENSEMBLE DES RÉSULTATS À LA TEMPÉRATURE AMBIANTE

No.	Temps total	G_{1c} moyen (KJ/m2)	Remarque
B3C090686	35 min	0.3342	Δ trop élevée
B1C130686	1:10 h	0.2023	
B2N160686	1:15 h	0.0850	
B1C160686	1:15 h	0.1523	
B1C200686	3:10 h	0.2354	
B2N200686	3:10 h	0.1558	
B1C250686	6:16 h	0.2895	
B2N250686	6:06 h	0.1554	
P8N250686	2:09 h	0.1943	
P7C040786	34 min	0.1178	avec téflon
P8N040786	34 min	0.1112	avec téflon
B2N090786	50:50 h	0.4002	
B2N100786	5:16 h	0.2431	avec téflon
P7C100786	5:00 h	0.3579	avec téflon
P8C100786	4:02 h	0.3462	
B1N100786	4:02 h	0.1778	avec téflon
B4C110786	23:48 h	0.4932	
P5C150786	25 jours	1.3141	
P6N150786	25 jours	1.8340	
B2C150786	3:08 h	0.5111	chauffé jusqu'à 115°C
P7C160786	48:00 h	0.5190	
P8N160786	48:00 h	0.6466	
B1C170786	73:30 h	0.5535	système de jauges
P6C180786	51:28 h	0.5776	
P5N180786	48:30 h	1.1098	
P5C310786	191:45 h	1.2489	rupture adhésive à 80%
B4N310786	191:00 h	1.8058	rupture adhésive à 80%

3.1.1 Système de mesure avec jauges

Lors de l'observation des surfaces de rupture, on ne voit aucune trace laissée par la colle lors de l'avancement de la fissure. Il est alors très difficile de vérifier les calculs effectués par la méthode de compliance.

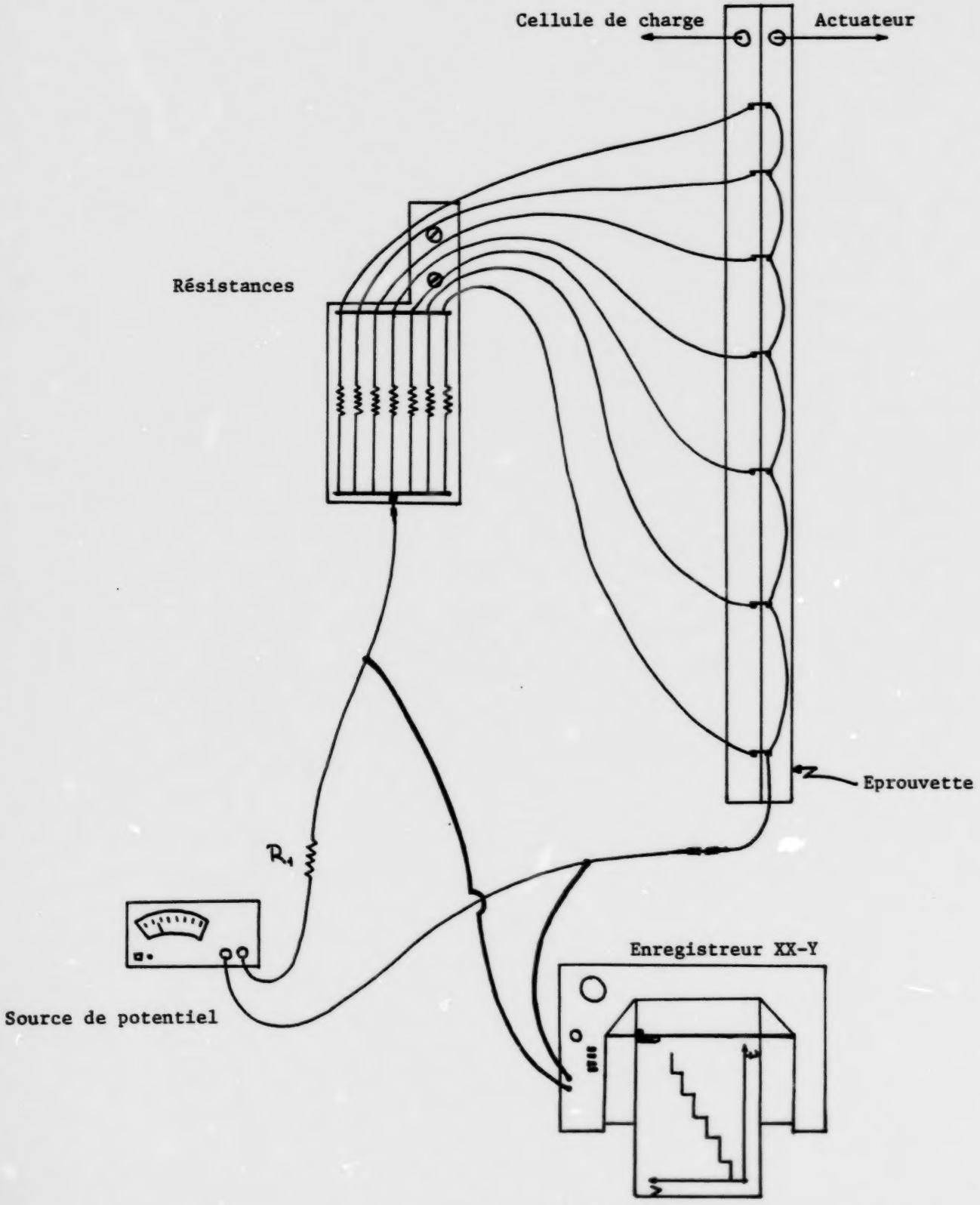
Une façon simple de vérifier ces calculs est d'utiliser un système de jauges en parallèle reliées à des résistances électriques de 1kΩ. Le système électrique alimenté par une source de potentiel de 5.00 volts peut alors être schématisé comme suit (cahier de laboratoire 274, p. 171):



La figure de la page suivante nous montre le schéma du montage tel qu'utilisé lors de l'essai de clivage.

À la rupture de chacune des jauges, le nombre de résistances diminue et la résistance équivalente du circuit augmente, faisant ainsi augmenter subitement le voltage. Une courbe du voltage en fonction du temps (figure 6 et cahier de laboratoire 274, p. 172)) permet alors d'indiquer à quel moment précis il y a eu rupture d'une jauge. Ce temps est par la suite transporté sur la courbe "load vs time" apparaissant à la figure 7 et permet alors de trouver la force correspondante à cette rupture. D'après le graphique "load vs strain" (figure 5 et p. 172 du cahier de laboratoire 274), il est alors possible de vérifier à quelle longueur de fissure cette rupture est survenue.

Le tableau suivant indique la position vraie de chacune des jauges ainsi que la position mesurée par la méthode de compliance.


Cellule de charge
Actuateur
Résistances
Eprouvette
R_1
Enregistreur XX-Y
Source de potentiel

No.	Position vraie	Position calculée
1	25 mm	33.9 mm
2	50 mm	55.5 mm
3	85 mm	90.7 mm
4	125 mm	127.1 mm
5	175 mm	180.6 mm
6	225 mm	228.5 mm
7	285 mm	—

On peut voir que le calcul des positions des jauges par mesure de compliance surestime légèrement leurs positions vraies. Il y a cependant une assez bonne concordance puisque c'est dans le même ordre de grandeur à l'exception de la première jauge.

D'autres essais de ce genre seraient nécessaires afin de mieux vérifier l'écart existant et d'établir le facteur de correction à apporter aux calculs des longueurs de fissure.

3.2 Résultats des échantillons CDCB (température ambiante)

Les échantillons du type CDCB furent très peu utilisés à cause de leur instabilité lors des essais de clivage. Ceux-ci étant très courts et très rigides comparativement aux échantillons DCB, il est alors difficile d'enregistrer plusieurs pentes.

En première approximation, on peut déterminer si une éprouvette est stable ou instable en traçant les courbes de "G vs a" ou de "G/y^2 vs a" (voir le cahier de laboratoire 190, p. 93-95). Lorsque la pente ($d(G/y^2)/da$) en tout point est fortement négative, l'échantillon sera stable. Par contre, une pente légèrement inférieure à zéro ou nulle est l'indice d'un échantillon très instable. Il existe un critère plus strict de stabilité qui n'est pas discuté ici.

Pour les échantillons DCB, on sait que (équation 6):

$$G = \frac{4P^2}{EB^2}\left[\frac{3(a + 0.6h)^2}{h^3} + \frac{1}{h}\right]$$

Comme: $P^2 = y^2/C^2$, on obtient:

$$\frac{G}{y^2} = \frac{4}{EB^2C^2}\left[\frac{3(a + 0.6h)^2}{h^3} + \frac{1}{h}\right] \qquad \text{éq. 17}$$

En remplacant la compliance par sa valeur (équation 1):

$$C = \frac{8}{EB}\left[\frac{(a + 0.6h)^3}{h^3} + \frac{a}{h}\right]$$

on obtient donc:

$$G/y^2 = \frac{Eh^3}{16}\,\frac{\left[3(a + 0.6h)^2 + h^2\right]}{\left[(a + 0.6h)^3 + ah^2\right]^2} \qquad \text{éq. 18}$$

Le calcul de G/y^2 pour les échantillons du type CDCB s'effectue de la même façon, à partir de l'équation 16:

$$G = \frac{4P^2m'}{EB^2}$$

En remplaçant P^2 par sa valeur, on obtient alors:

$$\frac{G}{y^2} = \frac{4m'}{EB^2C^2} \qquad \text{éq. 19}$$

La valeur de compliance étant (équation 14):

$$C = \frac{8}{EB}\left[\left(\frac{a_o^3}{h_o^3} + \frac{a_o}{h_o}\right) + m'\,(a - a_o)\right]$$

le résultat final sera alors le suivant (voir cahier de laboratoire 190, p. 96):

$$\frac{G}{y^2} = \frac{Em'}{16\left[\left(\frac{a_o^3}{h_o^3} + \frac{a_o}{h_o}\right) + m'\ (a-a_o)\right]^2} \qquad \text{éq. 20}$$

Les équations 18 et 20 permettent alors d'établir les courbes apparaissant à la figure 8 et aux page 95 et 97 du cahier de laboratoire 190. Lorsqu'on analyse la pente de ces courbes, on voit nettement que les échantillons du type DCB sont plus stables. Ceux du type CDCB sont très stables entre 50 et 100 mm, mais ont tendance par la suite à devenir instables.

Le tableau qui suit contient les valeurs de G/y^2 ayant servi à obtenir ces courbes.

a(mm)	G/y^2(DCB)	G/y^2(CDCB)
25	20.16	---
50	2.30	3.72
75	0.56	0.66
100	0.20	0.27
125	0.09	0.14
150	0.043	0.089
175	0.024	0.061
200	0.014	0.044
225	0.009	0.033
250	0.006	0.026
275	0.004	0.021
300	0.003	0.017

Une courbe typique d'un essai de clivage sur les échantillons CDCB

apparaît à la figure 9 et à la page 161 du cahier de laboratoire 274 et le tableau 3 indique les différents résultats obtenus pour cet essai.

Les résultats obtenus pour les six essais effectués sont donc les suivants:

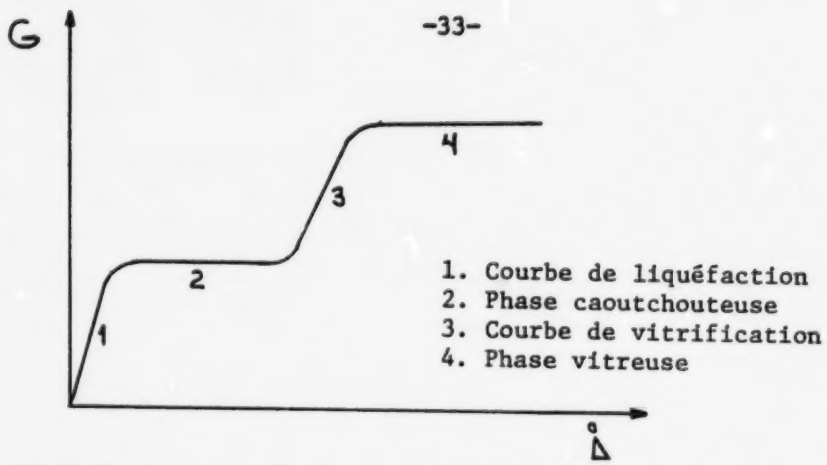
No.	Temps total	G_{1c} moyen	Nombre de pentes
B1N270686	3:06 h	0.1278	2
B2C270686	3:02 h	0.2050	2
B3N020786	6:10 h	0.1446	4
B4C020786	6:04 h	0.2393	4
B5N020786	2:06 h	0.1840	3
B6C020786	2:07 h	0.1360	6

3.3 Discussion et interprétation des résultats

Lorsque l'on regarde la courbe de "G_{1c} vs temps" à la figure 10 (cahier de laboratoire 274, p. 175), on remarque des tendances assez bien marquées pour les échantillons chauffés et non-chauffés. Il existe cependant une légère dispersion des résultats. Celle-ci peut s'expliquer par une variation dans l'uniformité de l'épaisseur du film activateur, la température et l'humidité de l'air, la dégradation de la colle avec le temps.

Une quantité d'activateur plus importante provoque une polymérisation plus rapide de la colle, sans pour autant donner de meilleurs résultats, après mûrissement complet, que ceux ayant eu moins d'activateur.

On peut voir également qu'il existe deux points affectés d'une remarque, complètement à l'extérieur de la courbe. Le résultat élevé obtenu pour le point de droite est causé par une vitesse de traction ($\dot{\delta}$) trop élevée par un facteur dix. Le schéma suivant montre une allure très générale du comportement des polymères face à la vitesse de chargement.



Le second résultat élevé fut provoqué par un chauffage important puisque habituellement la température des échantillons chauffés est de 100°C. De plus, l'orifice pour le thermocouple se situait sur la plaque inférieure de l'échantillon, contrairement à tous les autres échantillons chauffés. La chaleur devait donc traverser entièrement le joint de colle avant de réchauffer la pointe du thermocouple.

Une température de 115°C enregistrée sur la plaque inférieure signifie donc que la température de la plaque supérieure était d'environ 140°C. Un tel écart de température comparativement aux essais habituels favorise une polymérisation encore plus rapide et nous amène alors à des résultats plus élevés.

Lors des essais de clivage effectués à la température ambiante, on observe une rupture ductile dans tous les cas. La plupart des ruptures observées sont cohésives, mais dans certains cas, il existe des ruptures partiellement adhésives.

Les ruptures cohésives surviennent lorsque la polymérisation de la colle n'est pas complètement terminée et que celle-ci n'a pas atteint sa force maximum. Au cours du phénomène de mûrissement, l'activateur migre à l'intérieur du joint de colle. La rupture survient possiblement alors à la limite de cette migration.

Pour leur part, les ruptures adhésives surviennent lorsque la polymérisation est terminée. Cette polymérisation peut être locale ou totale. Dans le cas des essais effectués après 25 jours, on a observé des

ruptures presque totalement adhésives. Les charges enregistrées sont beaucoup plus élevées puisqu'il faut arracher la colle de l'intérieur des rugosités de la surface et détruire les liens qui se sont formés à l'interface colle/métal.

La colle demeure alors sur la surface contenant initialement l'activateur. Sur l'autre face, on observe des pelures de colle très minces qui tendent à relever tel que le montrent les photos no. 4, 5 et 6. Dans la moitié inférieure de chacune de ces photos, on peut voir clairement les traces laissées par le sablage, que ce soit sur la surface métallique ou sur la surface du joint de colle.

On remarque également l'empreinte laissée par une rupture cohésive. Celle-ci a une texture rugueuse en forme d'écaille. Cette texture rugueuse est formée par l'avancement lente et graduelle de la fissure.

4.0 INFLUENCE DU FROID

Un des objectifs principaux de cette première partie de l'étude des joints collées était de vérifier l'influence du froid afin de solutionner les problèmes encore existants au niveau industriel, et ce avant le retour de l'automne.

Pour atteindre cet objectif, deux types d'essais furent réalisés. Une première étape consistait à exposer les échantillons à des températures de -20°C ou -30°C après collage et d'effectuer les essais à la température ambiante. Ceci permet alors de vérifier l'influence du froid sur le mûrissement.

Cependant, comme les problèmes de rupture rencontrés au niveau industriel surviennent durant la période hivernale, il était donc nécessaire de simuler ceux-ci en effectuant des essais au froid. La seconde partie de ce chapitre expose les résultats obtenus pour ce type d'essai et tente d'expliquer les différents phénomènes observés.

4.1 Essais à température ambiante

L'objectif de ces essais était de vérifier l'influence des basses températures sur le mûrissement de la colle, c'est-à-dire, voir s'il y a encore une réaction chimique entre la colle et l'activateur à des températures aussi basses que -20°C ou -30°C. Les résultats obtenus sont donc les suivants:

No.	Temps total	Temps à temp.amb.	Temps au froid	G_{1c}moyen(KJ/m^2)
B4C180786	51:42 h	27:30 h	22:00 h à -30°C	0.4179
B2N180786	53:25 h	27:30 h	22:00 h à -30°C	0.5007
B1C240786	25:27 h	1:00 h	22:30 h à -20°C	0.3748
B2N240786	25:10 h	1:00 h	22:30 h à -20°C	0.2659
B4C050886	25:25 h	1:00 h	22:05 h à -30°C	0.9871
B1N050886	24:34 h	1:00 h	21:25 h à -30°C	1.1285
P8C060886	48:18 h	26:00 h	20:10 h à -20°C	1.0846
B2N060886	48:00 h	26:00 h	20:10 h à -20°C	1.8518

Lorsque l'on regarde la courbe de "G_{1c} vs temps" à la figure 11 (cahier de laboratoire 274, p. 194) le mûrissement des quatres premiers essais semble être ralenti par les basses températures. Par contre, on ne peut porter de conclusion sur les quatres derniers essais effectués, ceux-ci contenant une quantité d'activateur supérieure à la normale. Ce surplus d'activateur a permis une prise très rapide de la colle et nous avons même pu observer des ruptures adhésives à certains endroits sur les échantillons.

En observant le tableau ci-haut, on peut voir qu'à chaque paire d'essais, à l'exception de la seconde, la résistance au clivage des échantillons chauffés est inférieure à celle des échantillons non-chauffés. Le chauffage semble donc diminuer la ténacité de la colle lorsque celle-ci est soumise à des faibles températures.

4.2 Essais au froid

Les essais au froid s'effectuent à l'aide d'une petite chambre d'environnement de marque INSTRON alimentée avec de l'azote liquide. Placée en dessous du système de mors, la petite chambre permet de conserver des températures aussi basses que -50°C.

Cette chambre doit cependant être inversée puisque l'échantillon est à la partie supérieure telle que le montre la photo no. 7. Le ventilateur placé au bas de la chambre permet de souffler l'air froid sur l'échantillon par la fenêtre placée au haut. Une boîte isolée à l'aide de fibre de céramique, s'installe par dessus la chambre permettant alors de conserver la température plus constante, et d'éviter ainsi un gradient de température trop important entre les deux bouts de l'éprouvette.

Seulement huit essais furent effectués à basse température. Les résultats de ceux-ci apparaissent au tableau suivant:

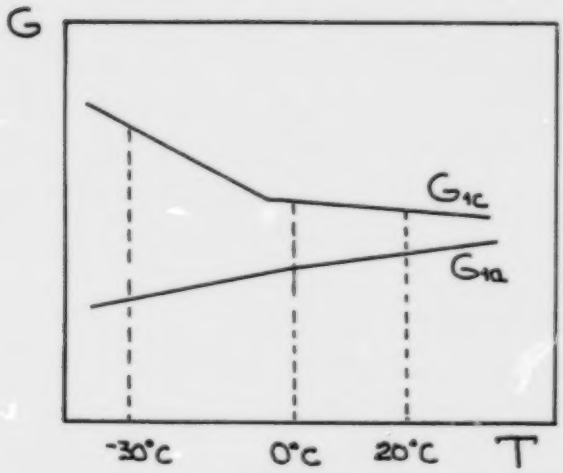
No.	Temps total	Temps à temp.amb.	Temps au froid	G_{1c}moyen(KJ/m^2)
P7C210786	96:47 h	24:00 h	72:47 h à -30°C	0.7686
P8N210786	97:29 h	24:00 h	73:29 h à -30°C	0.8547
P7C240786	17:08 h	1:00 h	16:08 h à -20°C	2.0768
P6N240786	15:52 h	1:00 h	14:52 h à -20°C	1.5473
P6C280786	96:40 h	24:00 h	72:40 h à -20°C	1.8268
P7N280786	97:06 h	24:00 h	73:06 h à -20°C	2.1114
B1C290786	15:27 h	1:00 h	14:27 h à -30°C	1.2096
B2N290786	15:15 h	1:00 h	14:15 h à -30°C	2.3667

Comme on peut le voir sur la photo no. 8, les ruptures observées pour les échantillons testés au froid (P6C280786 et P7N280786) sont extrêmement fragiles et ont un aspect vitreux comparativement à l'essai P5C310786 qui fut testé à la température ambiante.

Sur cette photo, on remarque que le début de la rupture est ductile et que par la suite il y a une propagation instantanée lorsque la rupture devient fragile. Les photos no. 9 et 10 montrent cette zone de transition des échantillons no. 6 et 7 respectivement.

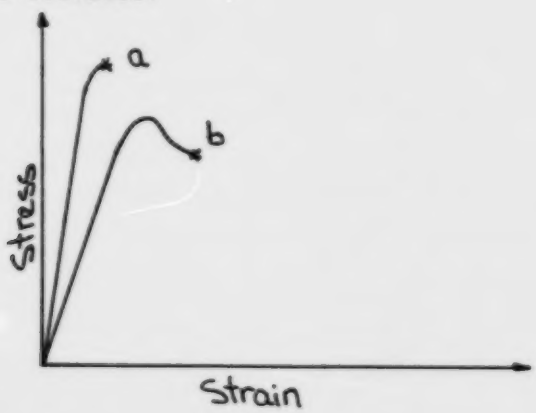
Pour l'échantillon no. 6, on peut voir une rupture ductile partiellement adhésive. Par la suite, il y a arrachement de la colle et propagation fragile. Cette propagation fragile est mieux définie sur la partie droite de la photo no. 10. On voit clairement au centre de la photo, la cavité laissée par l'arrachement de la colle, et par la suite la propagation fragile.

Lors des essais, on enregistre une propagation instantanée de la fissure qui est de l'ordre de 200 mm à 250 mm. Il semble donc que l'écart entre G_{1c} et G_{1a} est beaucoup plus important qu'à la température ambiante. Si l'on regarde les courbes de G en fonction de la température d'essai, on obtiendrait un graphique semblable:



De plus, on enregistre des valeurs de G_{1c} beaucoup plus élevées qu'à la température ambiante tel que l'indique la figure 12 (cahier de laboratoire 274, p. 194)

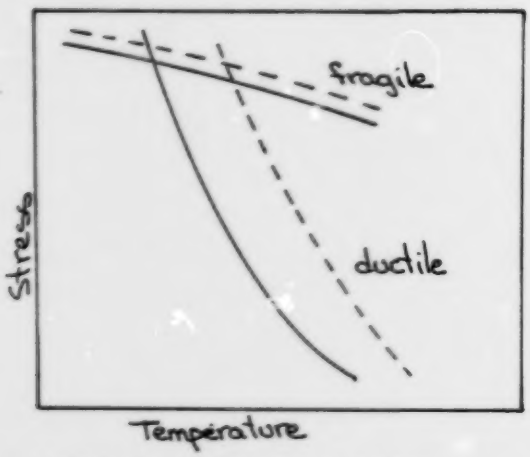
Ceci peut s'expliquer par un durcissement et une fragilisation de la colle. Une colle très dure exige un effort plus important pour la rupturer. Par contre, la déformation sera beaucoup moins importante. On peut visualiser ceci par la figure suivante:



a) rupture fragile
b) rupture ductile

On sait que la colle QUICKBOND 612 a un comportement caoutchouteux à la température ambiante à cause des particules de caoutchouc très fines qui sont utilisées pour son renforcement. Par contre, lorsqu'on abaisse suffisament la température, on peut supposer que ces particules fragilisent également et ne

permettent plus d'absorber l'énergie lors de la propagation de la fissure. Cet effet est analogue à celui observé pour l'échantillon B3C090686 mentionné au chapitre 3. En effet, un taux de déformation élevé produit un effet semblable à celui d'une diminution de la température. On peut représenter ces phénomènes de la façon qui suit:



——— taux de déplacement faible

- - - - - taux de déplacement élevé

Le point de transition varie selon le taux de déplacement et le type de caoutchouc utilisé pour le renforcement de la colle. Des essais supplémentaires aux environs de -20°C à -30°C ainsi que des essais entre -20°C et 10°C seraient nécessaires afin de déterminer ce point de transition. Des fractographies au microscope à balayage permettraient également de vérifier cette hypothèse.

Pour ces essais, on remarque également une différence importante entre les échantillons chauffés et non-chauffés. Les valeurs de G_{1c} pour les échantillons chauffés, à l'exception de la seconde série, sont inférieures à celles des non-chauffés.

Les explications avancées pour expliquer le comportement de la colle étudiée ne sont que préliminaires et qualitatives. Une interprétation définitive ne pourra être faite que lorsque tous les essais nécessaires seront complétés.

5.0 ESSAIS EN MILIEU CORROSIF

5.1 Développement d'un éprouvette (NCDCB)

Le but primaire de l'étude entreprise sur les plaques par joints collés était de vérifier l'influence du chauffage lors du collage et de vérifier les effets d'une exposition au froid. Cependant, cette étude peut comporter plusieurs autres étapes; en particulier, des essais en milieu corrosif. Jusqu'à maintenant, on a rencontré deux types d'éprouvettes, soit celles du type DCB et CDCB. Par contre, seules les éprouvettes du type CDCB pourraient être utilisées en milieu corrosif, celles-ci permettant d'obtenir une valeur de G_{1c} constante pour une charge donnée.

Comme il est parfois très difficile d'imaginer et de fabriquer un système permettant de garder une charge constante sur l'échantillon en milieu corrosif, il est alors très utile d'avoir une éprouvette ayant une valeur de G_{1c} constante pour un déplacement donné. Le déplacement "y" serait alors imposé par des boulons tel que le montre la figure suivante:

La condition à respecter est donc $G/y^2 = cste$. On sait que [2]:

$$G = \frac{P^2}{2B} \frac{\partial C}{\partial a} \qquad \text{éq. 21}$$

et par définition:

$$C = y/P$$

donc, en remplaçant P par sa valeur, on trouve:

$$G = \frac{y^2}{2BC^2} \frac{\partial C}{\partial a} \qquad \text{éq. 22}$$

et:

$$\frac{G}{y^2} = \frac{1}{2BC^2} \frac{\partial C}{\partial a} \qquad \text{éq. 22a}$$

Comme G, y et B sont constants, on peut réécrire cette dernière équation sous la forme:

$$\frac{\partial C}{\partial a} = \frac{2BG}{y^2} \times C^2 \qquad \text{éq. 22b}$$

Si on pose:

$$K = \frac{2BG}{y^2}$$

on obtient:

$$\frac{\partial C}{\partial a} = KC^2 \qquad \text{éq. 23}$$

Pour obtenir le profil permettant d'avoir une valeur de G_{1c} constante pour un déplacement donné, il faut nécessairement respecter les conditions de cette dernière équation. Donc:

$$\frac{dC}{C^2} = Kda \qquad \text{éq. 23a}$$

En effectuant l'intégrale de chacun des côtés de l'égalité, on obtient:

$$\frac{-1}{C} = Ka + K' \qquad \text{éq. 24}$$

donc la compliance devient:

$$C = \frac{-1}{Ka + K'} \qquad \text{éq. 24a}$$

et:

$$\frac{dC}{da} = \frac{K}{(Ka + K')^2} \qquad \text{éq. 25}$$

À partir de ce dernier résultat, nous devons établir une équation étant fonction de "a" et de "h" afin d'établir le profil voulu.

Selon l'équation 10:

$$\frac{dC}{da} = \frac{8}{EB}\left(\frac{3a^2}{h^3} + \frac{1}{h}\right)$$

donc:

$$\frac{K}{(Ka + K')^2} = \frac{8}{EB}\left(\frac{3a^2}{h^3} + \frac{1}{h}\right) \qquad \text{éq. 26}$$

En développant cette dernière relation, on arrive au résultat suivant:

$$EBKh^3 - 8h^2 (Ka + K')^2 - 24a^2 (Ka + K')^2 = 0 \qquad \text{éq. 26a}$$

ou, sous forme cubique en h:

$$h^3 - 8h^2 \frac{(Ka + K')^2}{EBK} - 24a^2 \frac{(Ka + K')^2}{EBK} = 0 \qquad \text{éq. 27}$$

On peut solutionner cette équation par la même méthode que l'équation 2 de ce rapport, soit:

$$h = \left(\frac{-V}{2} + \sqrt{\frac{V^2}{4} + \frac{U^3}{27}}\right)^{1/3} - \left(\frac{V}{2} + \sqrt{\frac{V^2}{4} + \frac{U^3}{27}}\right)^{1/3} + \frac{8}{3}\frac{(Ka + K')^2}{EBK} \qquad \text{éq. 28}$$

où:

$$U = \frac{-64}{3}\frac{(Ka + K')^4}{(EBK)^2}$$

et:

$$V = -\left(\frac{1024}{27}\frac{(Ka + K')^6}{(EBK)^3} + 24a^2\frac{(Ka + K')^2}{EBK}\right)$$

Cependant, comme K, K' et h sont inconnus, on a besoin d'un système de trois équations à trois inconnues.

Pour la première partie de l'éprouvette, c'est-à-dire pour $0 < a < a_o$, la valeur de l'épaisseur (h_o) est constante.

Comme

$$\frac{dC}{da} = \frac{8}{EB}\left(\frac{3a^2}{h^3} + \frac{1}{h}\right)$$

et que la valeur de l'épaisseur (h) ne dépend pas de la longueur de fissure, on obtient:

$$C(a_o) = \frac{8}{EB}\left(\frac{a_o^3}{h_o^3} + \frac{a_o}{h_o}\right) \qquad \text{éq. 29}$$

donc:

$$\frac{8}{EB}\left(\frac{3a_o^2}{h_o^3} + \frac{1}{h_o}\right) = K\left[\frac{8}{EB}\left(\frac{a_o^3}{h_o^3} + \frac{a_o}{h_o}\right)\right]^2 \qquad \text{éq. 30}$$

En prédéterminant les valeurs de a_o et h_o, nous obtenons un système de trois équations à trois inconnues.

De l'équation 21, on obtient la valeur de K:

$$K = \frac{EBh_o^3\,(3a_o^2 + h_o^2)}{8\,(a_o^3 + a_o h_o^2)^2} \qquad \text{éq. 31}$$

Par la suite, de l'équation 18, on trouve K':

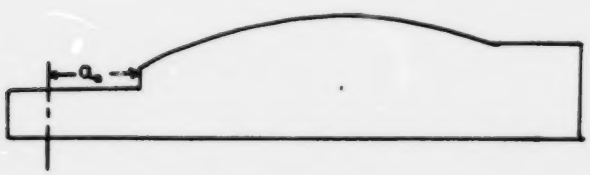
$$K' = -\left[\frac{EB}{8}\left(\frac{h_o^3}{a_o^3 + a_o h_o^2}\right) + Ka_o\right] \qquad \text{éq. 32}$$

Et finalement, de l'équation 26, on trouve h(a) tel que décrit à l'équation 28 de la page précédente.

Malheureusement, en tentant de résoudre les trois équations simultanément, on obtient des profils d'éprouvette qui sont physiquement impossibles (cahier 274, p. 121).

Nous devons alors laisser de côté l'équation 31 et résoudre un système de deux équations à deux inconnues en prédéterminant la valeur de K.

Le profil d'éprouvette sera alors le suivant:



Comme le design amène un facteur de concentration de contrainte très élevé en a_o, il faut l'améliorer en utilisant une fonction sinus afin d'éliminer l'augmentation brusque d'épaisseur.

Dans le but d'obtenir un profil optimum, plusieurs valeurs de a_o, h_o et K furent analysées. Les valeurs retenues sont les suivantes:

$$a_o = 50 \text{ mm}$$
$$h_o = 10 \text{ mm}$$
$$K = 8$$

La valeur de K' est donc: $K' = -2121.83$. L'éprouvette comporte alors quatre parties distinctes:

1e partie: $0 < a \leqslant 46$ mm $\qquad h_o = 10$ mm

2e partie: $46 < a \leqslant 60$ m

$$h = 17.9224 + 7.9224 \sin\left((a-53) \times \pi/14\right) \qquad \text{éq. 33}$$

3e partie: $60 < a \leqslant 200$ mm

$$h = \left(\frac{-V}{2} + \sqrt{\frac{V^2}{4} + \frac{U^3}{27}}\right)^{1/3} - \left(\frac{V}{2} + \sqrt{\frac{V^2}{4} + \frac{U^3}{27}}\right)^{1/3} + \frac{8}{3}\,\frac{(Ka + K')^2}{EBK}$$

où:

$$U = \frac{-64}{3}\,\frac{(Ka + K')^4}{(EBK)^2}$$

$$V = -\left(\frac{1024}{27}\,\frac{(Ka + K')^6}{(EBK)^3} + 24a^2\,\frac{(Ka + K')^2}{EBK}\right)$$

4e partie: $200 < a < 235$ mm $\qquad h = 26.38$ mm

Le détail des calculs ayant permis d'établir l'équation de la 2e partie se trouve en pages 124 et 125 du cahier de laboratoire no. 274.

En page suivante, on retrouve un tableau indiquant la valeur d'épaisseur obtenue correspondant à différentes valeurs de longueur de fissure.

Afin de vérifier que la condition:

$$\frac{dC}{da} = KC^2$$

est respectée, les valeurs de dC/da de chacune des longueurs de fissure furent également établies. La compliance est pour sa part évaluée à l'aide de l'intégrale de Simpson. On remarque que la valeur de K est quasi-constante sur la partie utile de l'éprouvette, c'est-à-dire entre 60 mm et 200 mm.

Le résultat obtenu par cette éprouvette sera alors

$$G = 8y^2/2B \text{ ou encore: } G = 4y^2/B$$

La figure 13 montre l'éprouvette obtenue avec les dimensions à l'échelle 1:1.

a (mm)	h(mm)	dC/da	SIMP$\int$	C	K
46.0	10.00	2.88×10^{-5}		4.55×10^{-4}	
49.5	12.32	1.79×10^{-5}			
53.0	17.92	6.79×10^{-6}			
56.5	23.52	3.48×10^{-6}			
60.0	25.84	2.97×10^{-6}	1.53×10^{-5}	6.08×10^{-4}	8.024
65.0	26.77	3.12×10^{-6}			
70.0	27.62	3.28×10^{-6}	3.12×10^{-5}	6.39×10^{-4}	8.022
75.0	28.38	3.45×10^{-6}			
80.0	29.08	3.64×10^{-6}			
85.0	29.70	3.85×10^{-6}			
90.0	30.25	4.07×10^{-6}	7.31×10^{-5}	7.12×10^{-4}	8.020
95.0	30.79	4.31×10^{-6}			
100.0	31.15	4.58×10^{-5}			
105.0	31.50	4.86×10^{-6}			
110.0	31.79	5.19×10^{-6}	9.19×10^{-5}	8.04×10^{-4}	8.018
115.0	32.02	5.54×10^{-6}			
120.0	32.19	5.93×10^{-6}			
125.0	32.29	6.36×10^{-6}			
130.0	32.34	6.83×10^{-6}	1.19×10^{-4}	9.23×10^{-4}	8.015
135.0	32.32	7.37×10^{-6}			
140.0	32.30	7.97×10^{-6}			
145.0	32.11	8.65×10^{-6}			
150.0	31.92	9.41×10^{-6}	1.60×10^{-4}	1.08×10^{-3}	8.013
155.0	31.66	1.03×10^{-5}			
160.0	31.34	1.13×10^{-5}			
165.0	30.96	1.24×10^{-5}			
170.0	30.51	1.38×10^{-5}	2.28×10^{-4}	1.31×10^{-3}	8.011
175.0	30.00	1.54×10^{-5}			
180.0	29.41	1.72×10^{-5}			
185.0	28.77	1.94×10^{-5}			
190.0	28.05	2.21×10^{-5}	3.49×10^{-4}	1.66×10^{-3}	8.008
195.0	27.25	2.53×10^{-5}			
200.0	26.38	2.94×10^{-5}	2.55×10^{-4}	1.92×10^{-3}	8.007

6.0 CONCLUSION ET RECOMMENDATIONS

D'après les résultats obtenus à la température ambiante, il est clair que le chauffage affecte les valeurs de résistance de la colle. Lors des premières heures de mûrissement, les échantillons chauffés semblent plus résistants que les non-chauffés. Par contre, lorsque le mûrissement est terminé, les échantillons non-chauffés sont de beaucoup supérieurs aux échantillons chauffés.

La chaleur semble donc affecter la réaction chimique entre l'activateur et la colle. Une analyse plus complète pourrait cependant permettre de déterminer la structure moléculaire de la colle et d'établir plus précisément sa composition. Ceci permettrait alors de mieux établir son comportement face aux basses et hautes températures.

Les échantillons ayant séjourné au froid mais testés à la température ambiante semblent indiquer qu'il y a un certain ralentissement du mûrissement. Cependant, le nombre d'essais étant très limité, il est difficile de justifier cette hypothèse. Des essais supplémentaires seront nécessaires afin d'obtenir une évidence.

De plus, ce type d'essai nous aidera à mieux déterminer si les échantillons non-chauffés demeureront supérieurs aux échantillons chauffés.

Lors des essais effectués au froid, on a pu noter des valeurs très élevées pour G_{1c} tel qu'expliqué à la section 4.2. Par contre, le colle devient très fragile et la propagation de la fissure est instantanée. L'influence du chauffage au collage semble montrer des valeurs de résistance plus faibles que pour les échantillons non-chauffés. Encore une fois, des essais supplémentaires seront nécessaires au cours des prochaines semaines afin d'obtenir le résultat final avant le retour de l'hiver.

Ces essais devront être effectués au froid, mais seulement après mûrissement complet de la colle. Ceci permettra d'éliminer une variable, c'est-à-dire le taux de mûrissement à basse température. De plus, ceux-ci

devront être effectués à des températures variant entre -30°C et 10°C afin de déterminer le point de transition ductile/fragile de la colle.

Lorsque l'influence du froid sera bien déterminée, des essais additionnels pourront être effectués dans le but de vérifier d'autres variables, telles que l'épaisseur du joint de colle et la quantité d'activateur utilisée pour le collage.

RÉFÉRENCES

1- Standard Practice for Fracture Strength in Cleavage of Adhesives in Bonded Joints, ASTM Standard D3433, Annual Book of ASTM Standard Vol. 15.06 Adhesives, Philadelphia, Pa.

2- Ripling, E.J.,Mostovoy, S. et Patrick, R.L, Mat. Res. Stand., Vol. 4, No., 3, pp. 129-134 (1964).

3- Beyer, W.H., CRC Standard Mathematical Tables, 26th Edition, CRC Press, Boca Raton, Fla (1981).

4- Mostovoy, S., Crosley, P.B. et Ripling, E.J., J. of Mat., Vol. 2, No. 3, pp. 661-681, (1967).

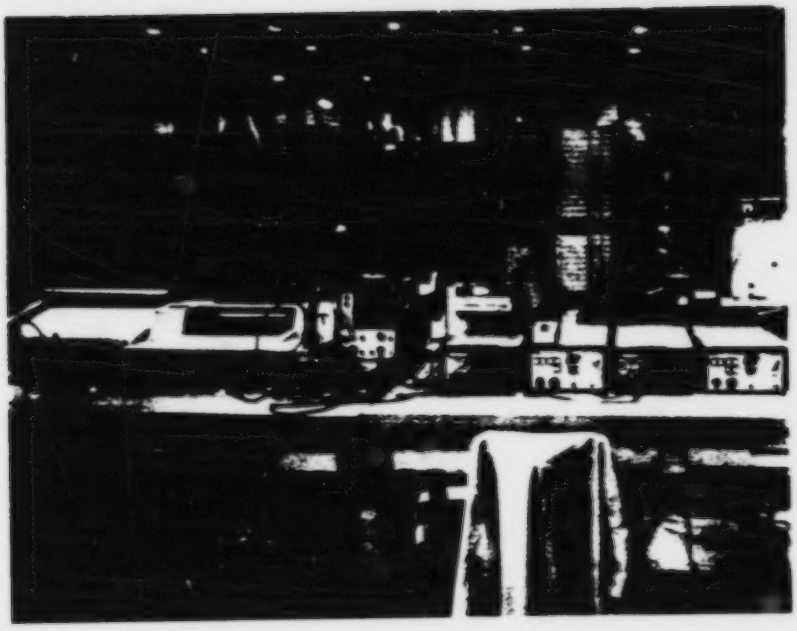


Photo no. 1: Enregistreurs et contrôleurs

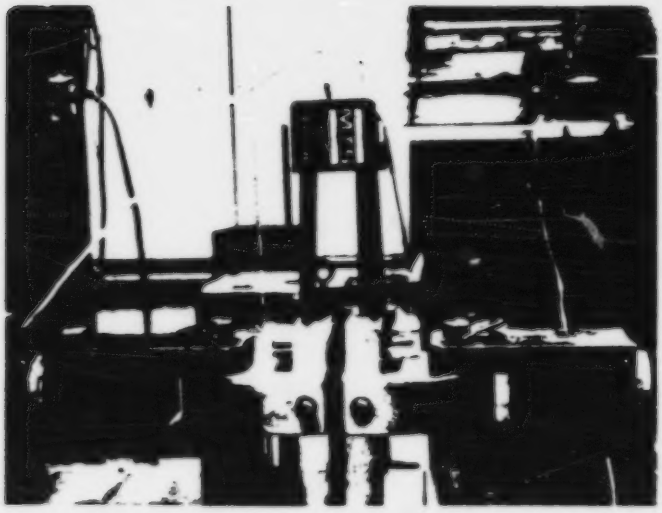


Photo no. 2: Système d'ancrage

Photo no. 3: Système d'ancrage

Photo no. 4: Rupture: ductile, adhésive et cohésive. P5C310786

Photo no. 5: Rupture ductile, adhésive et cohésive. P5C310786

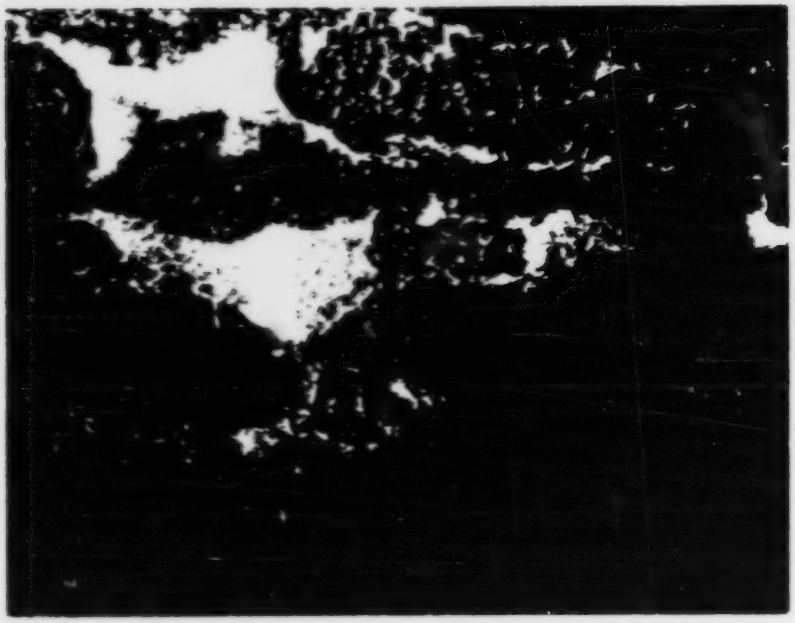


Photo no. 6: Rupture ductile, adhésive et cohésive. P5C310786

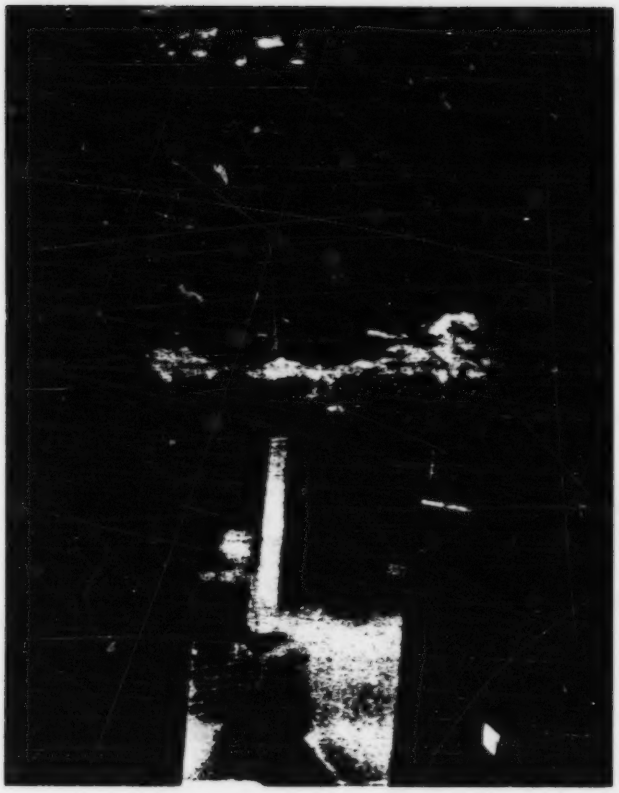


Photo no.7: Chambre d'environnement

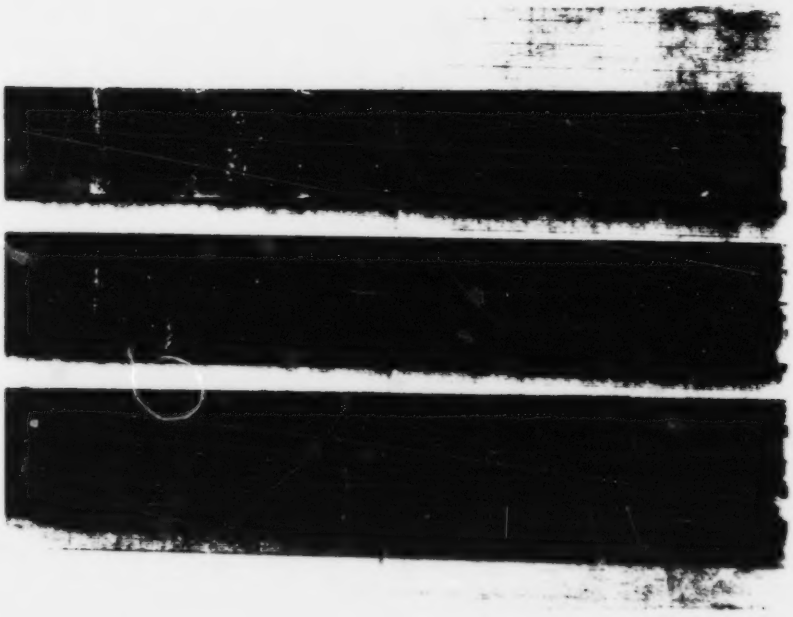


Photo no. 8: Echantillons P5C310786, P6C280786, P7N280786

Photo no. 9: Transition ductile/fragile, P5C280786

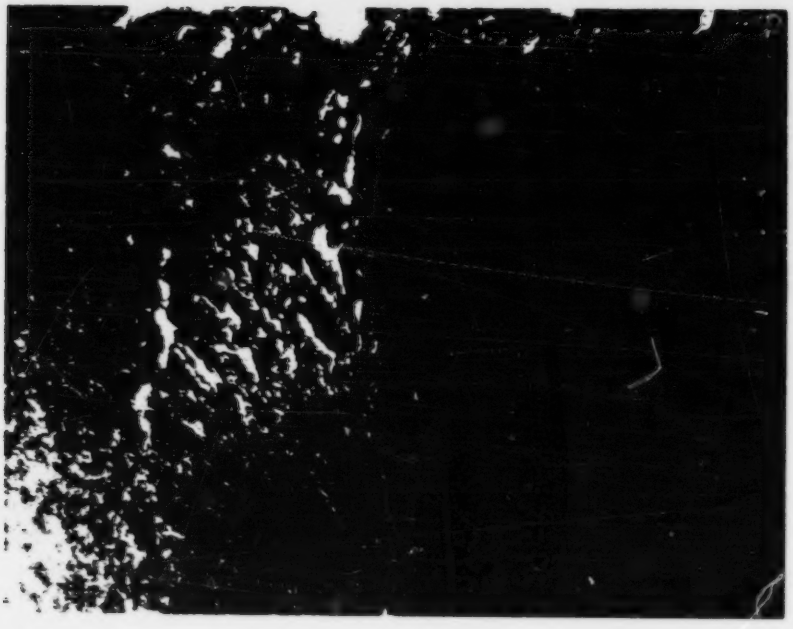
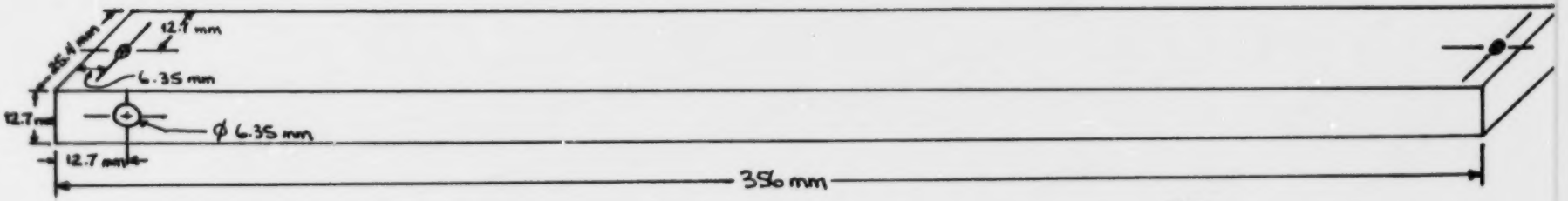


Photo no. 10: Transition ductile/fragile, P7N310786



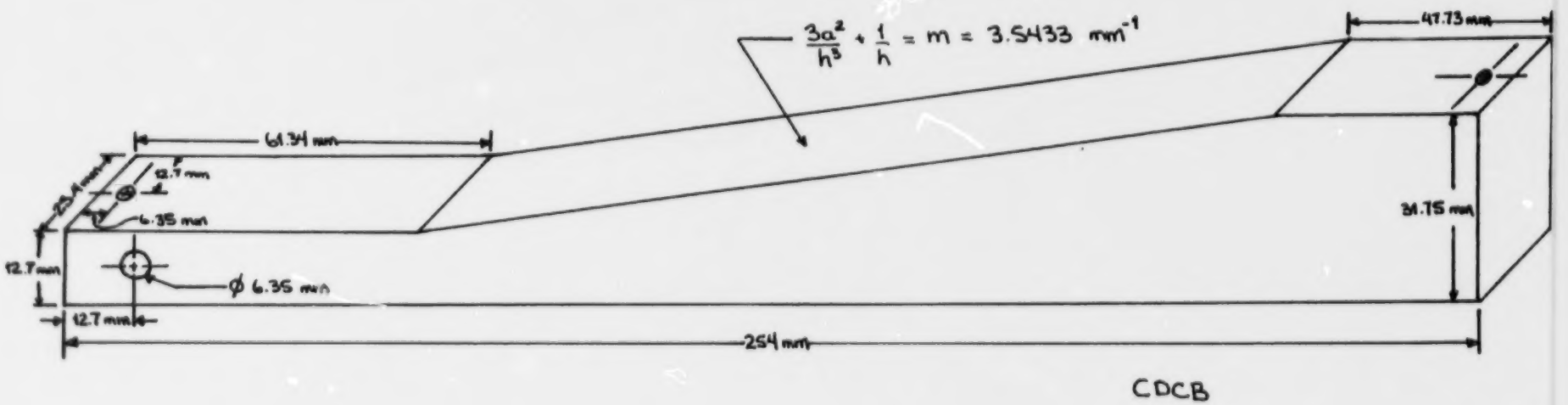


Figure no. 1: Dimensions des échantillons a) DCB, b) CDCB. Ces figures montrent une moitié des échantillons collés par paire.

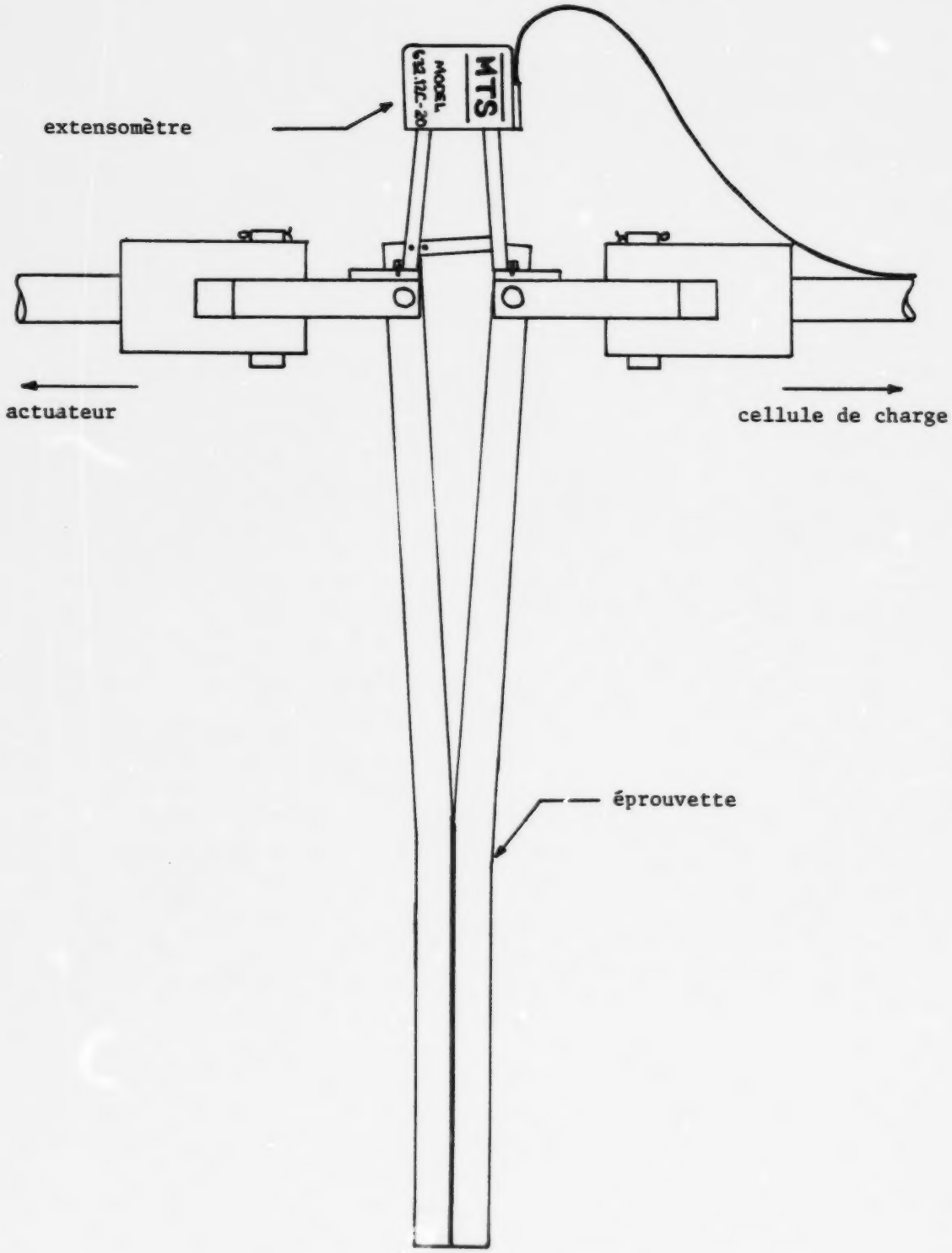


Figure no. 2: Schéma du montage d'essai

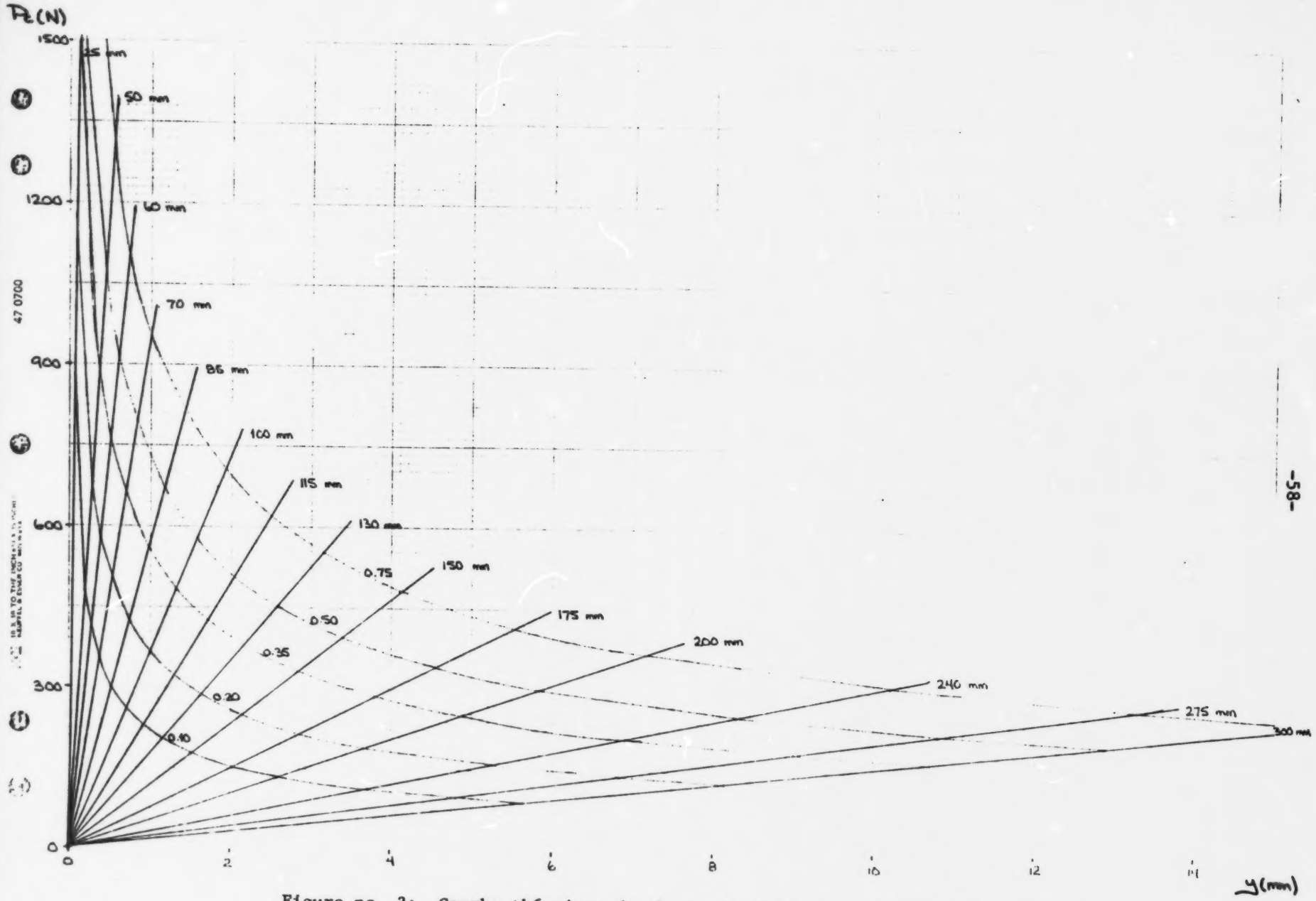


Figure no. 3: Courbe théorique de charge vs déplacement (échelle 0 —1500 N)

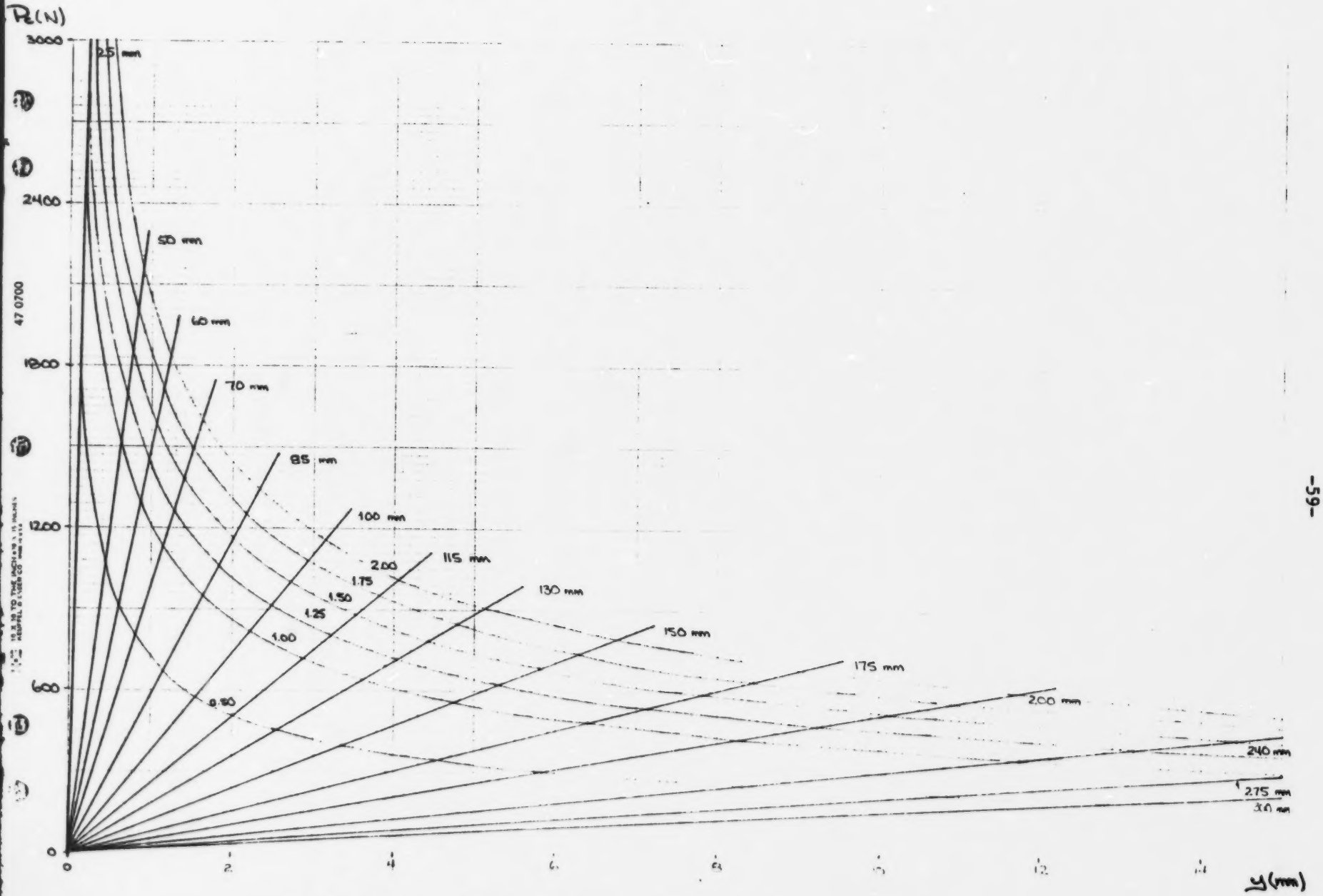


Figure no. 4: Courbe théorique de charge vs déplacement (échelle 0 — 3000 N)

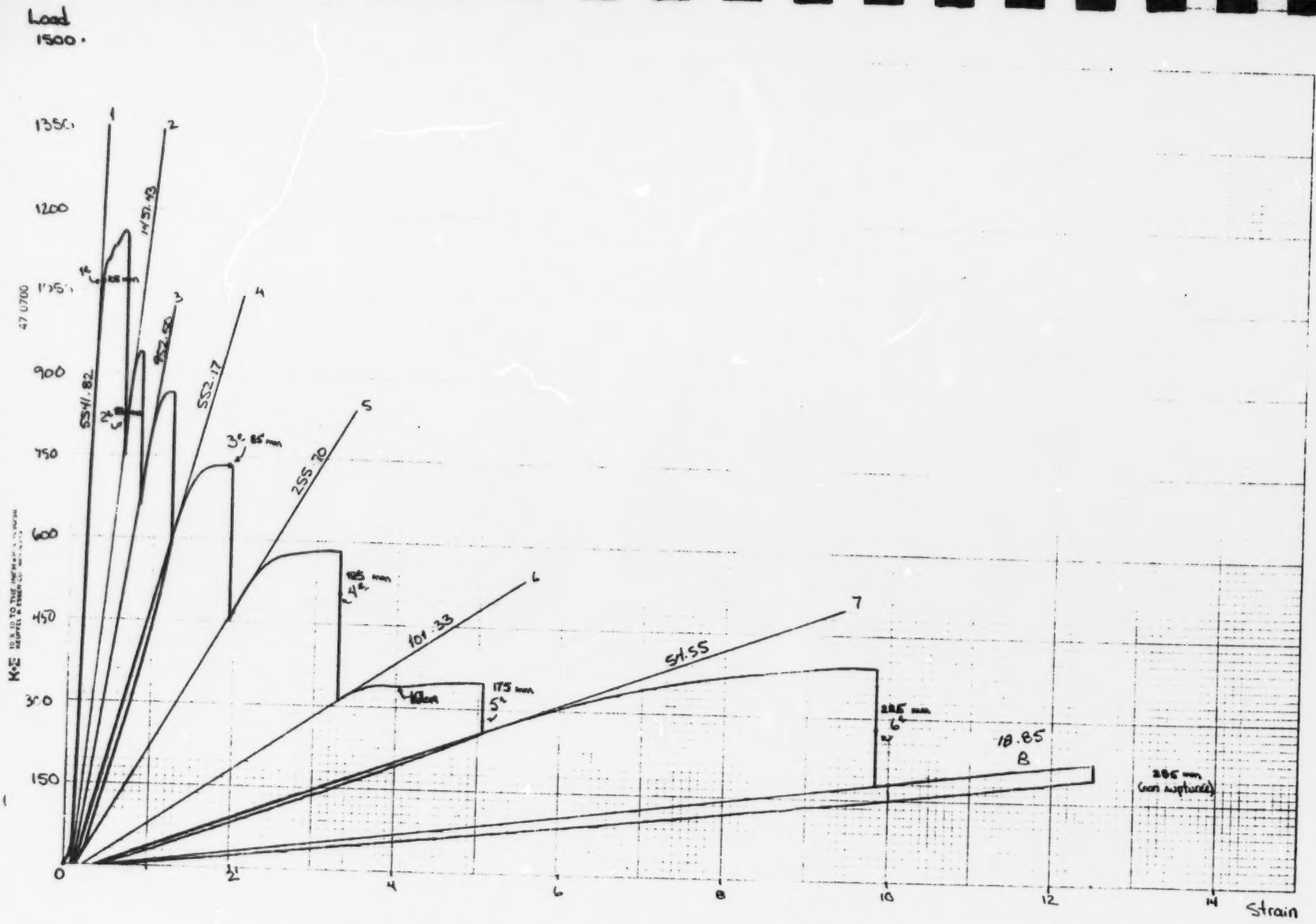


Figure no. 5: Courbe typique "load vs strain", échantillon DCB

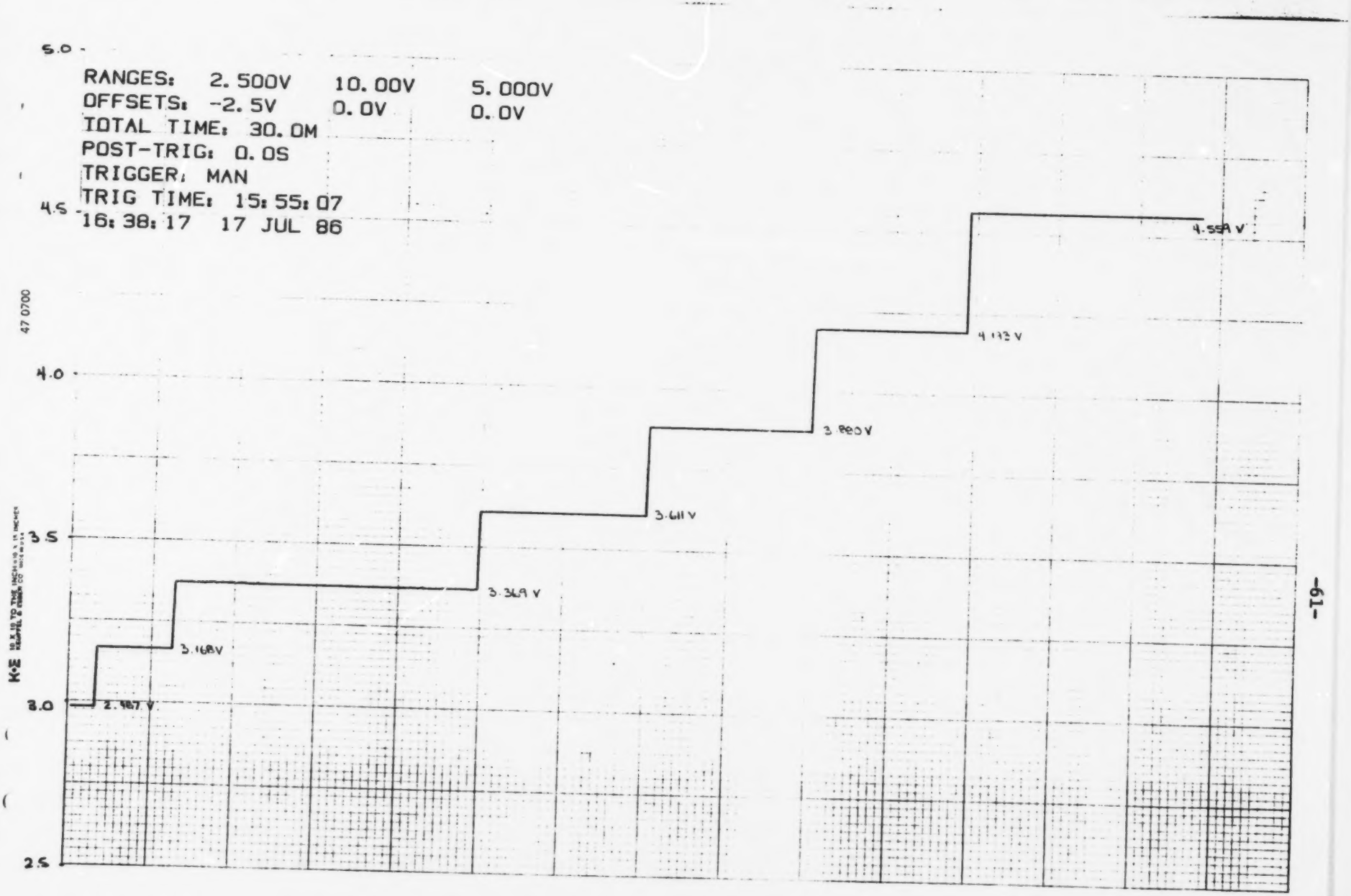


Figure no. 6: Courbe "voltage vs temps"; système de mesure avec jauges.

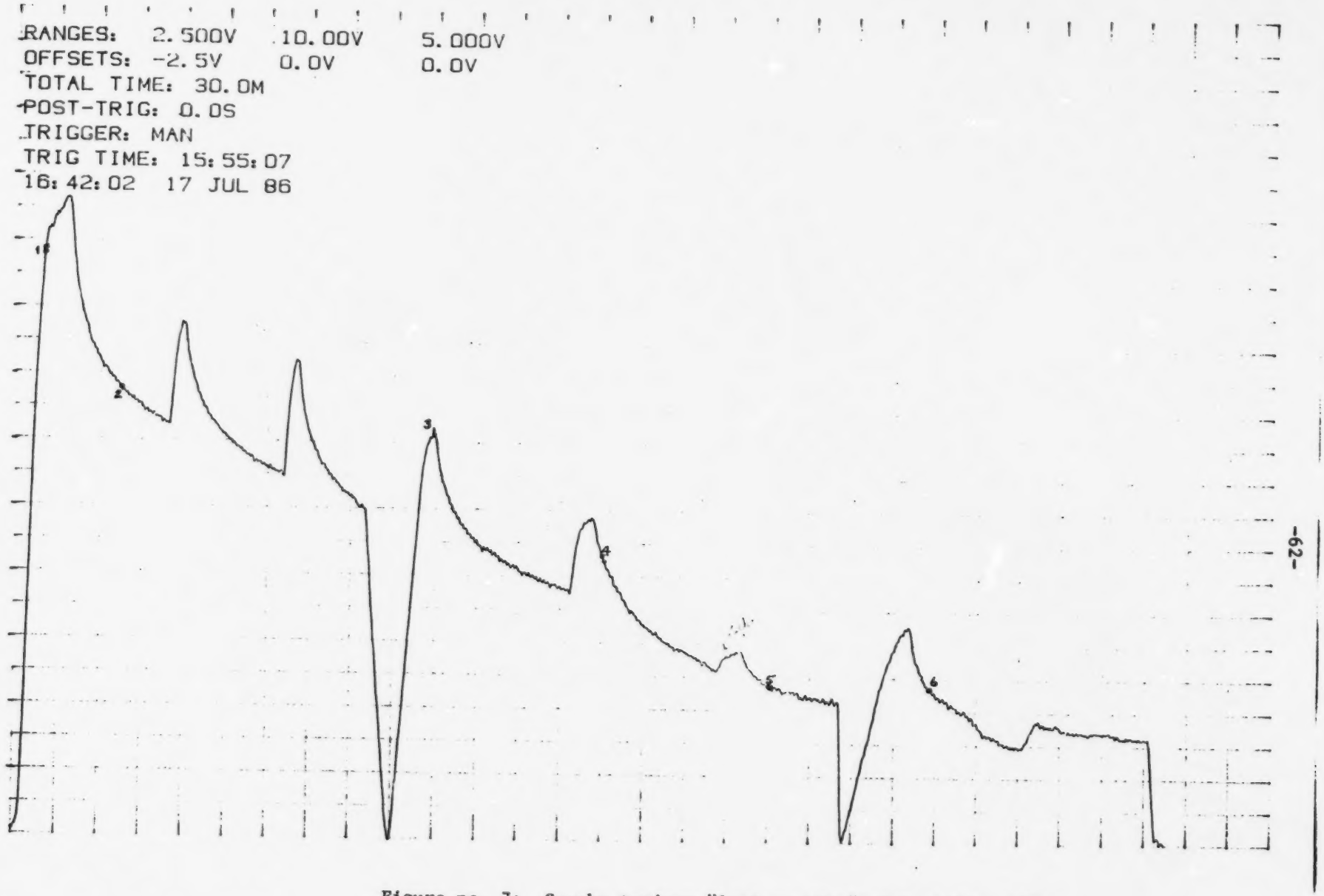


Figure no. 7: Courbe typique "load vs time"; échantillon DCB
Pour cet essai réalisé avec jauges de propagation, on a indiqué le moment de rupture des jauges.

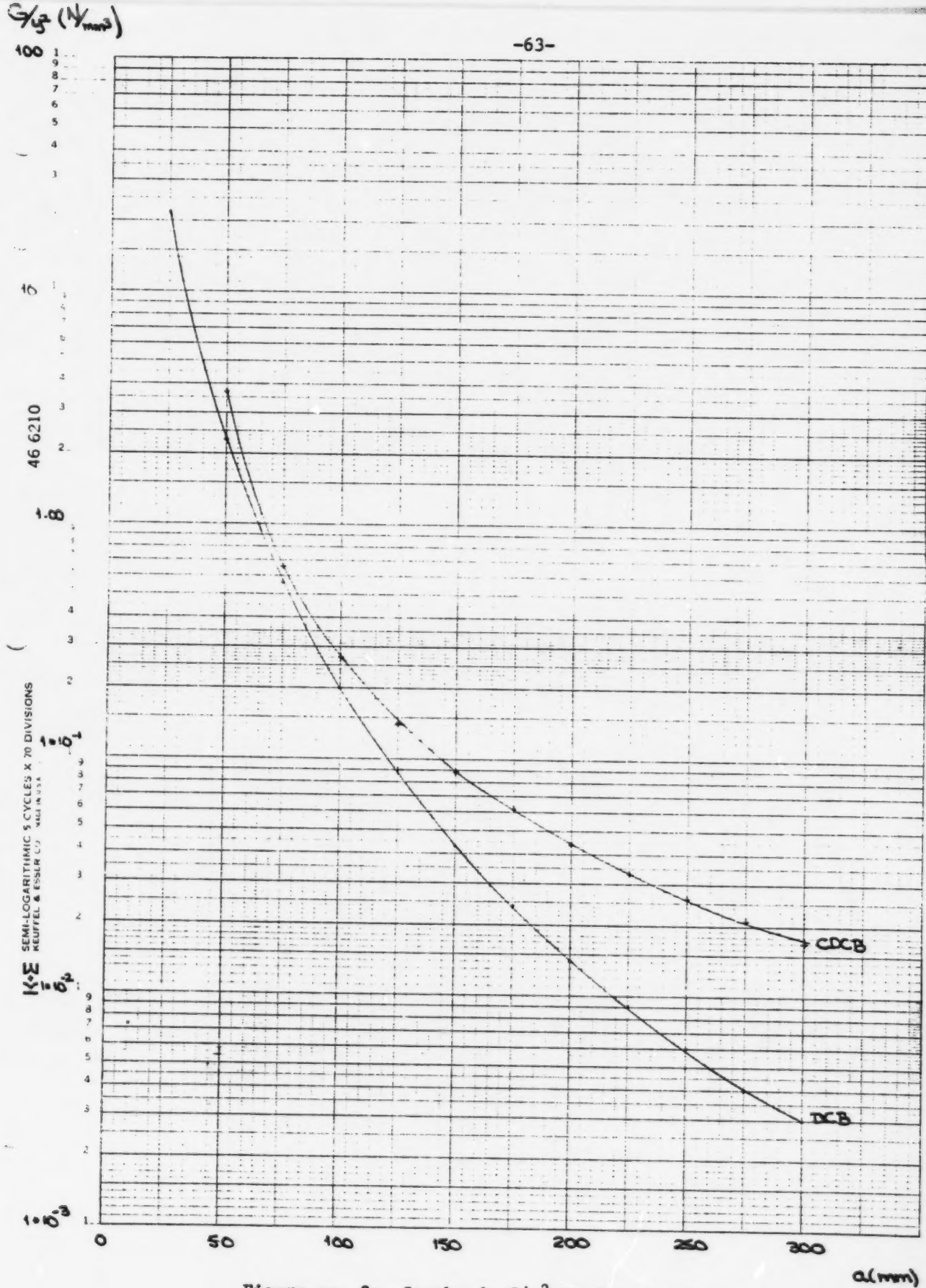


Figure no. 8: Courbe de G/y^2 en fonction de a.

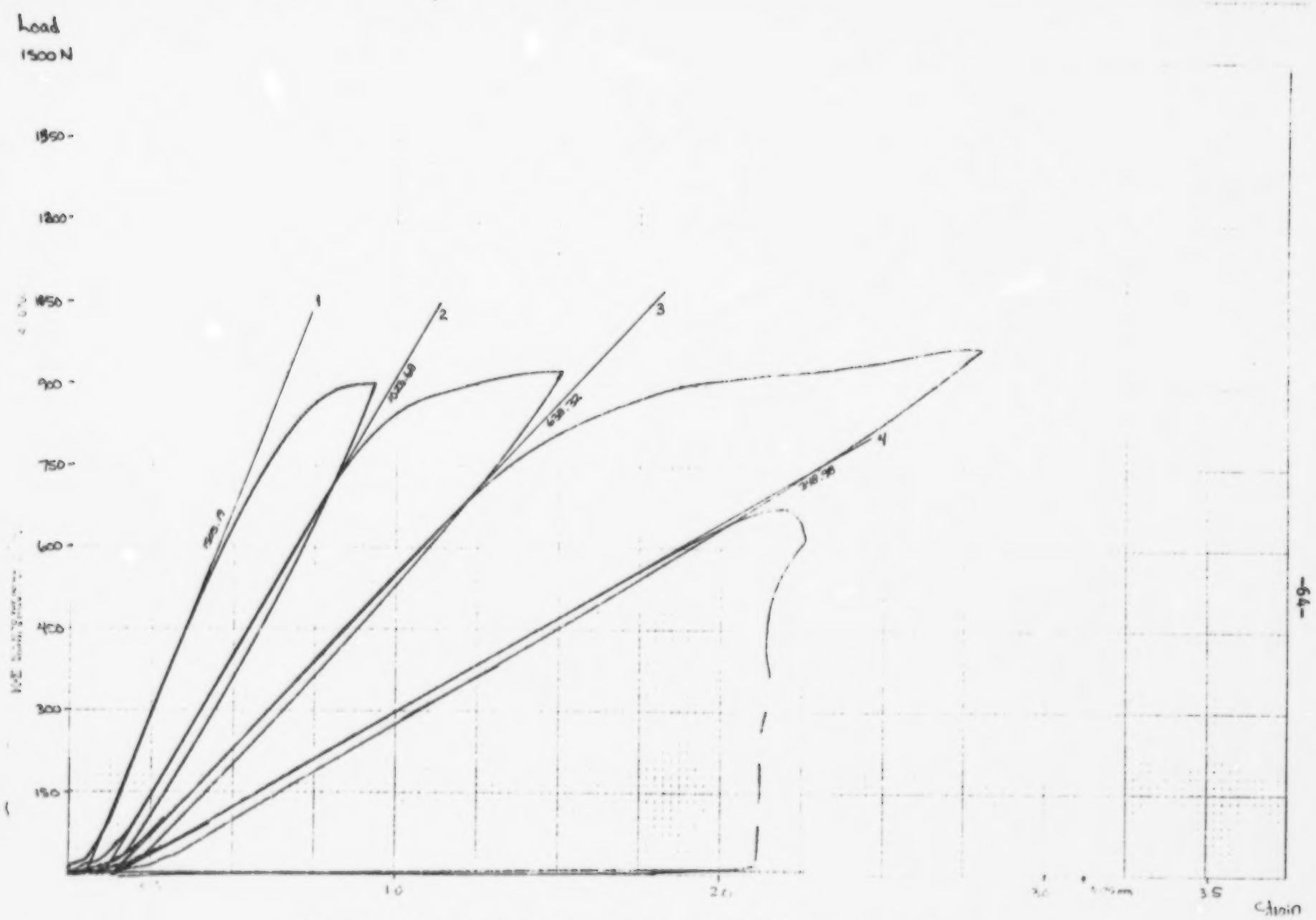


Figure no. 9: Courbe typique "load vs strain"; échantillon CDCB.

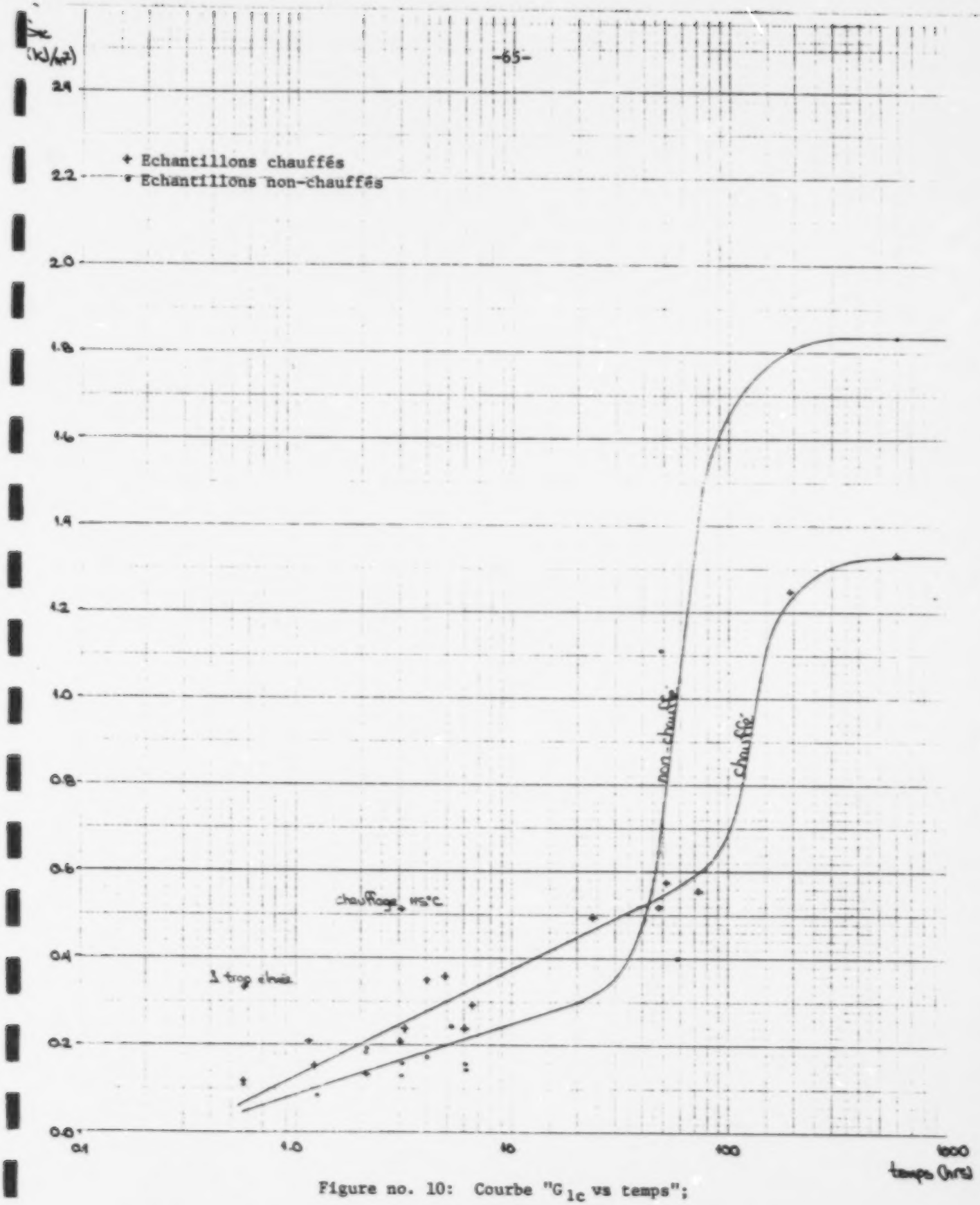


Figure no. 10: Courbe "G_{1c} vs temps";
essais à température ambiante.

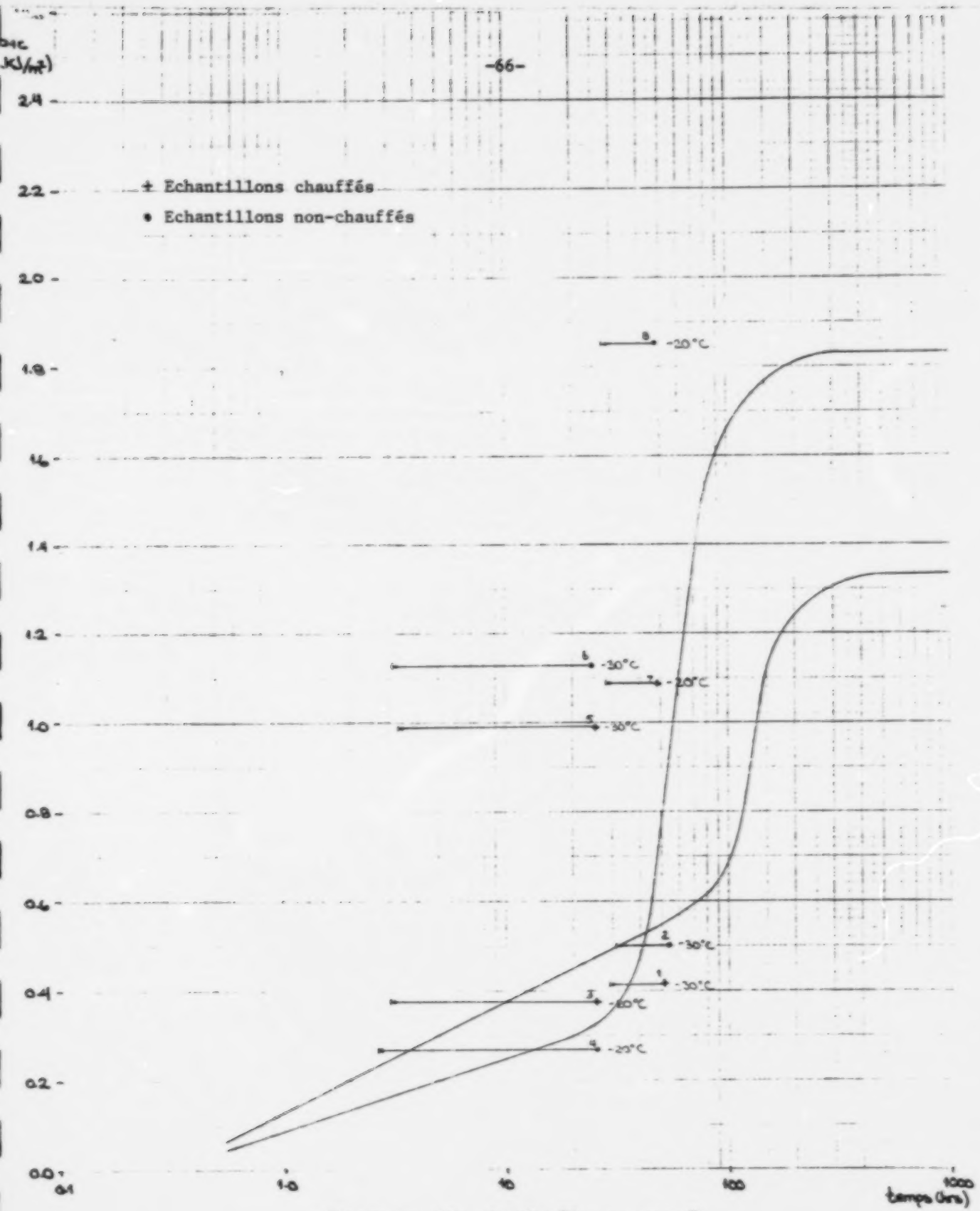


Figure no. 11: Courbe "G_{1c} vs temps";
échantillons soumis au froid

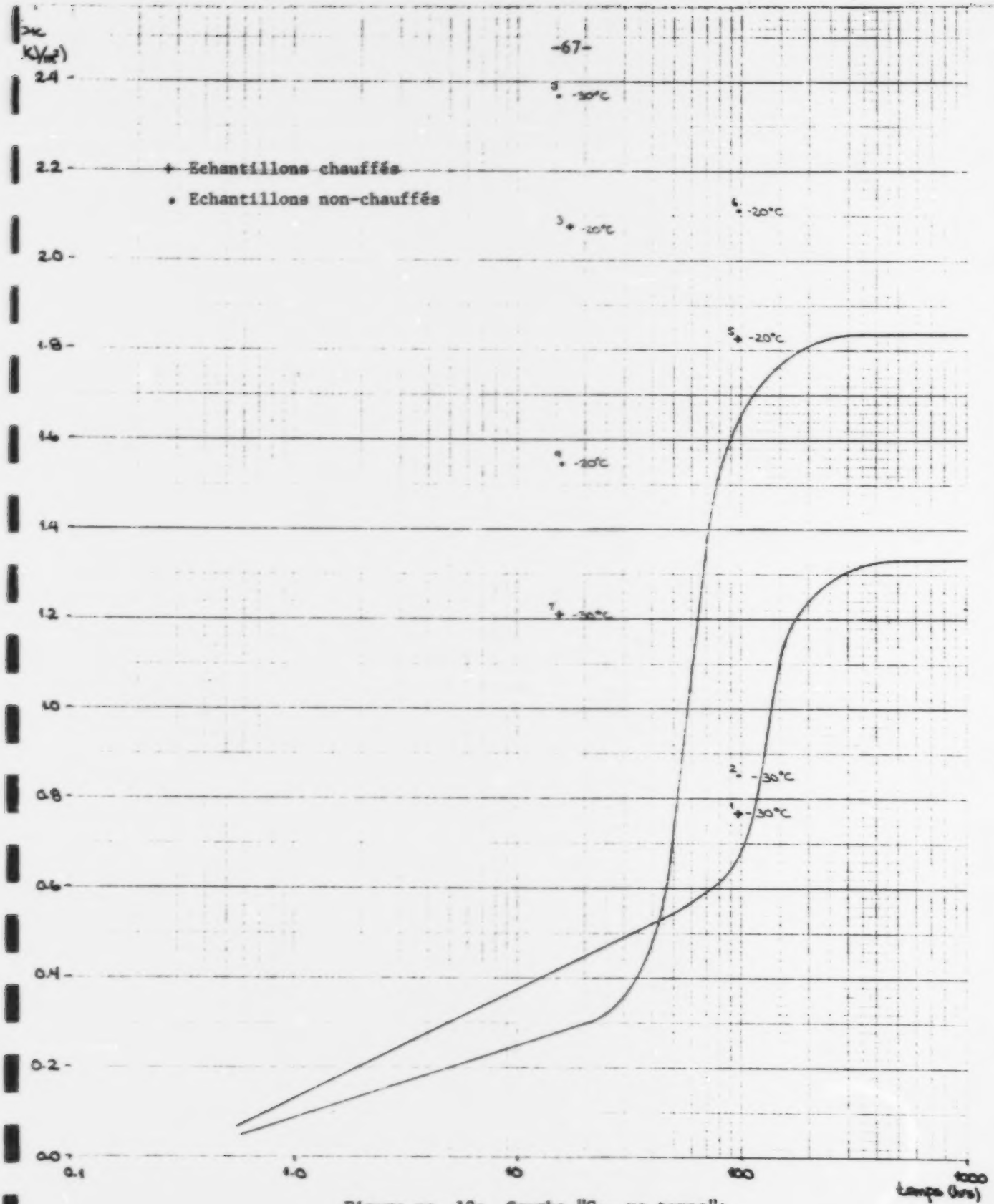


Figure no. 12: Courbe "G_{1c} vs temps";
échantillons testés au froid.

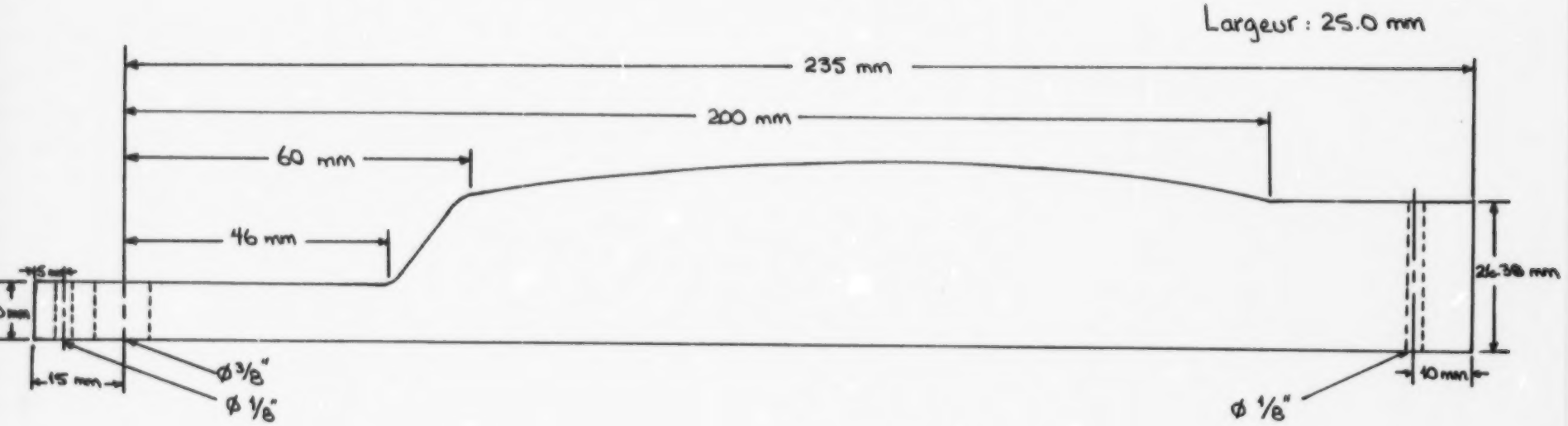


Figure no. 13: Eprouvette NCDCB
(New contoured double-cantilever beam)

Tableau 1: Charge et déplacement pour diverses valeurs de G_{1c} et a (Échantillon DCB)

G_{1c} / a	0.10	0.20	0.35	0.50	0.75	1.00	1.25	1.50	1.75	2.00
25	833.4	1178.6	1559.2	1863.5	2282.4	2635.5	2946.5	3227.8	3486.4	3727.1
	0.0634	0.0896	0.1186	0.1417	0.1736	0.2004	0.2241	0.2455	0.2652	0.2835
50	479.7	678.4	897.5	1072.7	1313.7	1517.0	1696.0	1857.9	2006.8	2145.3
	0.2003	0.2833	0.3748	0.4479	0.5486	0.6335	0.7082	0.7758	0.8380	0.8959
60	409.7	579.4	766.4	916.0	1121.9	1295.5	1448.4	1586.6	1713.8	1832.1
	0.2764	0.3909	0.5171	0.6180	0.7570	0.8741	0.9772	1.0705	1.1563	1.2361
70	357.4	505.4	668.6	799.1	978.7	1130.2	1263.6	1384.2	1494.1	1598.3
	0.3646	0.5157	0.6822	0.8154	0.9986	1.1531	1.2892.	1.4123	1.5254	1.6307
85	299.9	424.1	561.1	670.6	821.3	948.4	1060.3	1165.5	1254.6	1341.2
	0.5198	0.7351	0.9725	1.1623	1.4325	1.6438	1.8378	2.0132	2.1745	2.3246
100	258.3	365.3	483.3	577.6	707.4	816.9	913.3	1000.4	1080.6	1155.2
	0.7023	0.9932	1.3139	1.5704	1.9234	2.2209	2.4831	2.7201	2.9380	3.1409
115	226.8	320.8	424.4	507.2	621.2	717.3	802.0	878.5	948.9	1014.4
	0.9122	1.2900	1.7065	2.0397	2.4981	2.8846	3.2251	3.5329	3.8160	4.0794
130	202.2	285.9	378.3	452.1	553.7	639.4	714.8	783.1	845.8	904.2
	1.1494	1.6255	2.1503	2.5702	3.1478	3.6347	4.0638	4.4516	4.8083	5.1403
150	176.6	249.7	330.4	394.9	483.6	558.4	524.3	683.9	738.7	789.7
	1.5082	2.1330	2.8217	3.3725	4.1305	4.7695	5.3324	5.8414	6.3094	6.7451
175	152.5	215.6	285.2	340.9	417.5	482.1	539.0	590.5	637.8	681.8
	2.0252	2.8640	3.7887	4.5284	5.5461	6.4041	7.1600	7.8434	8.4718	9.0568
200	134.1	189.7	250.9	299.9	367.3	424.1	474.2	519.5	561.1	599.8
	2.6180	3.7025	4.8979	5.8541	7.1698	8.2789	9.2561	10.1396	10.9520	11.7082
240	112.5	159.1	210.4	252.5	308.0	355.7	397.7	435.6	470.5	503.0
	3.7246	5.2674	6.9682	8.3286	10.2004	11.7484	13.1686	14.4255	15.5813	16.6571
275	98.6	139.4	184.4	220.4	269.9	311.7	348.5	381.7	412.3	440.8
	4.8525	6.8624	9.0781	10.8504	13.2890	15.3448	17.1560	18.7935	20.2993	21.7009
300	90.6	128.1	169.4	202.5	248.0	286.4	320.2	350.7	378.8	405.0
	5.7492	8.1306	10.7558	12.8556	15.7448	18.1806	20.3265	22.2666	24.0506	25.7112

Tableau 2: Exemple d'un tableau de résultats d'un échantillon DCB

Echantillon: B1 chauffé Date: 17 juil 86 Début de la colle: 24 mm

Téflon de 4 mm : 163 - 167 mm

Temps de séchage: 73:30 h

Tirés du graphique: Load vs train Enregistreur: XX-Y

No.	$\dot{\Delta}$(mm/s)	Pente (P/y)	P_c(N)	C(mm/N)	EBy/P	a(mm)	G_{1c}(N/mm)
1	0.008	5541.82 N/mm	1154	1.80×10^{-4}	3.16×10^{2}	33.00	0.3447
2	0.01	1468.92 N/mm	933	6.81×10^{-4}	1.19×10^{3}	56.3	0.5510
3	0.02	964.56 N/mm	862	1.04×10^{-3}	1.82×10^{3}	66.1	0.6238
4	0.03	544.29 N/mm	735	1.84×10^{-3}	3.22×10^{3}	81.7	0.6655
5	0.04	263.67 N/mm	583	3.79×10^{-3}	6.65×10^{3}	106.3	0.6800
6	0.05	102.35 N/mm	348	9.77×10^{-3}	1.71×10^{4}	148.6	0.4560
7	0.10	55.34 N/mm	391	1.81×10^{-2}	3.17×10^{4}	184.4	0.8689
8	0.15	18.82 N/mm	---	5.31×10^{-2}	9.32×10^{4}	267.5	---

$\bar{X} = 0.5535$

$\sigma = 0.1316$

Tableau 3: Exemple d'un tableau de résultats d'un échantillon CDCB

Echantillon: #4 chauffé Date: 2 juil 86 a_o = 49 mm

Temps de séchage: 6:04 h

Tirés du graphique: Load vs train Enregistreur: X-Y

No.	$\dot{\Delta}$(mm/s)	Pente (P/y)	P_c(N)	C(mm/N)	EBy/P	a(mm)	G_{1_c}(N/mm)
1	0.01	1505.19 N/mm	900	6.64×10^{-4}	1.19×10^{3}	73.4	0.2524
2	0.015	1023.68 N/mm	925	9.77×10^{-4}	1.75×10^{3}	93.1	0.2666
3	0.02	638.32 N/mm	975	1.57×10^{-3}	2.81×10^{3}	130.4	0.2962
4	0.03	348.98 N/mm	675	2.87×10^{-3}	5.13×10^{3}	212.4	0.1420

$\bar{X}$ = 0.2393

σ = 0.0674

ANNEXE A

Référence: pages 128 à 138 du cahier de laboratoire 274.

Choix du taux de déplacement en fonction de la longueur de fissure.

ECHANTILLONS DCB

Limites inférieure et supérieure de $\dot{\Delta}^{\circ}$ (a)

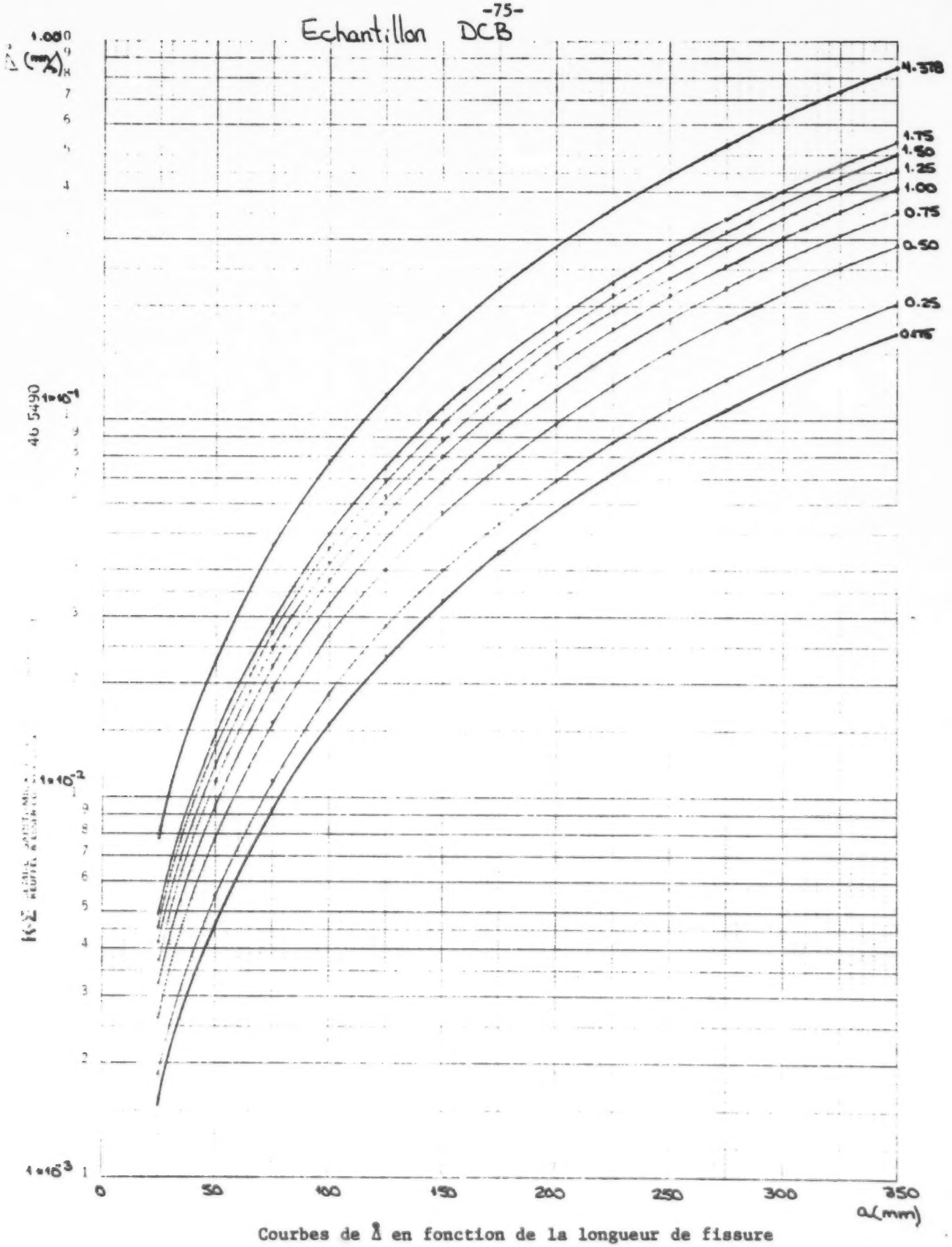
$$\frac{3200\ CB}{2\sqrt{\frac{3\ (a + 0.6\ h)^2}{h^3} + \frac{1}{h}}} < \dot{\Delta}^{\circ} < \frac{16000\ CB}{2\sqrt{\frac{3(a + 0.6\ h)^2}{h^3} + \frac{1}{h}}}$$

a (mm)	lim. inf. (mm/s)	lim. sup. (mm/s)
25	1.54×10^{-3}	7.72×10^{-3}
50	4.57×10^{-3}	2.29×10^{-2}
75	9.25×10^{-3}	4.62×10^{-2}
100	1.56×10^{-2}	7.79×10^{-2}
125	2.36×10^{-2}	1.18×10^{-1}
150	3.33×10^{-2}	1.66×10^{-1}
175	4.46×10^{-2}	2.23×10^{-1}
200	5.76×10^{-2}	2.88×10^{-1}
225	7.22×10^{-2}	3.61×10^{-1}
250	8.85×10^{-2}	4.43×10^{-1}
275	1.07×10^{-1}	5.33×10^{-1}
300	1.26×10^{-1}	6.31×10^{-1}
325	1.47×10^{-1}	7.37×10^{-1}
350	1.70×10^{-1}	8.52×10^{-1}

$\overset{\circ}{\Delta}$ (a) pour diverses valeurs de G_{1c}

$$\Delta = 4 \sqrt{\frac{G_{1c}}{Eh^3[3\ (a + 0.6\ h)^2 + h^2]}} \times \left[(a + 0.6h)^3 + ah^2\right]$$

a \ G_{1c}	0.25	0.50	0.75	1.00	1.25	1.50	1.75
25	1.86×10^{-3}	2.62×10^{-3}	3.21×10^{-3}	3.71×10^{-3}	4.15×10^{-3}	4.55×10^{-3}	4.91×10^{-3}
50	5.50×10^{-3}	7.77×10^{-3}	9.52×10^{-3}	1.10×10^{-2}	1.23×10^{-2}	1.35×10^{-2}	1.45×10^{-2}
75	1.11×10^{-2}	1.57×10^{-2}	1.93×10^{-2}	2.22×10^{-2}	2.49×10^{-2}	2.72×10^{-2}	2.94×10^{-2}
100	1.87×10^{-2}	2.65×10^{-2}	3.25×10^{-2}	3.75×10^{-2}	4.19×10^{-2}	4.59×10^{-2}	4.96×10^{-2}
125	2.84×10^{-2}	4.01×10^{-2}	4.91×10^{-2}	5.67×10^{-2}	6.34×10^{-2}	6.95×10^{-2}	7.51×10^{-2}
150	4.00×10^{-2}	5.66×10^{-2}	6.93×10^{-2}	8.00×10^{-2}	8.94×10^{-2}	9.80×10^{-2}	1.06×10^{-1}
175	5.36×10^{-2}	7.58×10^{-2}	9.29×10^{-2}	1.07×10^{-1}	1.20×10^{-1}	1.31×10^{-1}	1.42×10^{-1}
200	6.92×10^{-2}	9.79×10^{-2}	1.20×10^{-1}	1.38×10^{-1}	1.55×10^{-1}	1.70×10^{-1}	1.83×10^{-1}
225	8.69×10^{-2}	1.23×10^{-1}	1.50×10^{-1}	1.74×10^{-1}	1.94×10^{-1}	2.13×10^{-1}	2.30×10^{-1}
250	1.06×10^{-1}	1.51×10^{-1}	1.84×10^{-1}	2.13×10^{-1}	2.38×10^{-1}	2.61×10^{-1}	2.82×10^{-1}
275	1.28×10^{-1}	1.81×10^{-1}	2.22×10^{-1}	2.56×10^{-1}	2.86×10^{-1}	3.14×10^{-1}	3.39×10^{-1}
300	1.52×10^{-1}	2.15×10^{-1}	$2.63 \times 10^{-}$	3.04×10^{-1}	3.39×10^{-1}	3.72×10^{-1}	4.02×10^{-1}
325	1.77×10^{-1}	2.51×10^{-1}	3.07×10^{-1}	3.55×10^{-1}	3.97×10^{-1}	4.35×10^{-1}	4.69×10^{-1}
350	2.05×10^{-1}	2.90×10^{-1}	3.55×10^{-1}	4.10×10^{-1}	4.58×10^{-1}	5.02×10^{-1}	5.42×10^{-1}



Courbes de λ en fonction de la longueur de fissure

ECHANTILLONS CDCB

Limites inférieure et supérieure de $\overset{\circ}{\Delta}$ (a)

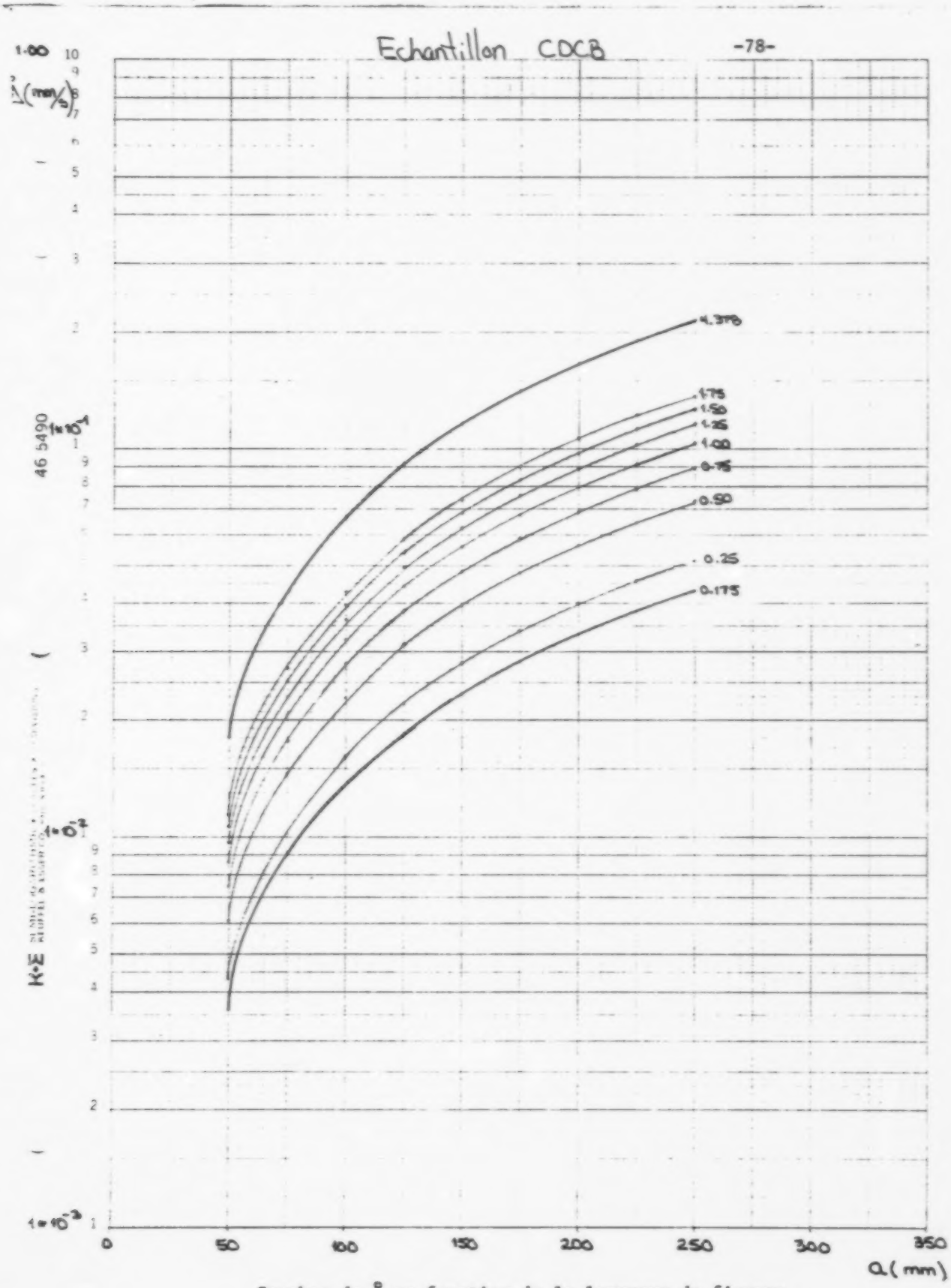
$$\frac{3200\ CB}{2\sqrt{m'}} < \overset{\circ}{\Delta} < \frac{16000\ CB}{2\sqrt{m'}}$$

a (mm)	lim. inf. (mm/s)	lim. sup. (mm/s)
48.641	3.33×10^{-3}	1.66×10^{-2}
50	3.59×10^{-3}	1.80×10^{-2}
75	8.51×10^{-3}	4.25×10^{-2}
100	1.34×10^{-2}	6.71×10^{-2}
125	1.83×10^{-2}	9.17×10^{-2}
150	2.32×10^{-2}	1.16×10^{-1}
175	2.82×10^{-3}	1.41×10^{-1}
200	3.31×10^{-2}	1.65×10^{-1}
225	3.80×10^{-2}	1.90×10^{-1}
250	4.29×10^{-2}	2.14×10^{-1}

$\overset{\circ}{\Delta}$ (a) pour diverses valeurs de G_{1c}

$$\overset{\circ}{\Delta} = 4 \sqrt{\frac{G_{1c}}{Em'}} \left[\frac{a_o^3 + a_o h_o^2 + m' (a - a_o)}{h_o^3}\right]$$

a \ G_{1c}	0.25	0.50	0.75	1.00	1.25	1.50	1.75
48.641	4.00×10^{-3}	5.66×10^{-3}	6.93×10^{-3}	8.00×10^{-3}	8.95×10^{-3}	9.80×10^{-3}	1.06×10^{-1}
50	4.32×10^{-3}	6.11×10^{-3}	$7.49 \times 10^{--}$	8.65×10^{-3}	9.67×10^{-3}	1.06×10^{-2}	1.14×10^{-1}
75	1.02×10^{-2}	1.45×10^{-2}	1.77×10^{-2}	2.05×10^{-2}	2.29×10^{-2}	2.51×10^{-2}	2.71×10^{-1}
100	1.61×10^{-2}	2.28×10^{-2}	2.80×10^{-2}	3.23×10^{-2}	3.61×10^{-2}	3.95×10^{-2}	4.27×10^{-1}
125	2.20×10^{-2}	3.12×10^{-2}	3.82×10^{-2}	4.41×10^{-2}	4.93×10^{-2}	5.40×10^{-2}	5.83×10^{-1}
150	2.80×10^{-2}	3.95×10^{-2}	4.84×10^{-2}	5.59×10^{-2}	6.25×10^{-2}	6.85×10^{-2}	7.40×10^{-1}
175	3.39×10^{-2}	4.79×10^{-2}	5.87×10^{-2}	6.77×10^{-2}	7.57×10^{-2}	8.29×10^{-2}	8.96×10^{-1}
200	3.98×10^{-2}	5.62×10^{-2}	6.89×10^{-2}	7.95×10^{-2}	8.89×10^{-2}	9.74×10^{-2}	1.05×10^{-1}
225	4.57×10^{-2}	6.46×10^{-2}	7.91×10^{-2}	9.14×10^{-2}	1.02×10^{-1}	1.12×10^{-1}	1.21×10^{-1}
250	5.16×10^{-2}	7.30×10^{-2}	8.93×10^{-2}	1.03×10^{-1}	1.15×10^{-1}	1.26×10^{-1}	1.36×10^{-1}



Courbes de $\bar{\Delta}$ en fonction de la longueur de fissure